

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI TITANIUM DIOKSIDA  
DALAM LINGKUNGAN BASA KUAT NATRIUM  
HIDROKSIDA**

**SKRIPSI**

**Diajukan Kepada  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Negeri Yogyakarta Guna  
Memperoleh Gelar Sarjana  
Sains Kimia**



**Oleh :  
NUR ROFIATUN  
06307141016**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
JURUSAN PENDIDIKAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA  
2013**

## HALAMAN PERSETUJUAN

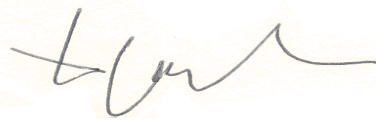
Skripsi yang berjudul “Preparasi Dan Karakterisasi Titanium Dioksida Dalam Lingkungan Basa Kuat Natrium Hidroksida” yang disusun oleh Nur Rofiatun, NIM 06307141016 ini telah disetujui pembimbing untuk diujikan.

Disetujui pada tanggal :  
14 Maret 2013

Menyetujui,

Koordinator Tugas Akhir Skripsi  
Program Studi Kimia

Pembimbing Utama



(Prof. Dr. Endang Widjajanti LFX)  
NIP. 19621203 198601 2 001)



(Dr. Hari Sutrisno)  
NIP. 19670407 199203 1 002

**HALAMAN PENGESAHAN**  
**SKRIPSI**

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI TITANIUM DIOKSIDA DALAM**  
**LINGKUNGAN BASA KUAT NATRIUM HIDROKSIDA**

Disusun oleh :  
**NUR ROFIATUN**  
**06307141016**

Telah Dipertahankan di Depan Tim Penguji Skripsi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Yogyakarta pada Tanggal 27 Maret 2013 dan Dinyatakan Telah Memenuhi Syarat Guna Memperoleh Gelar Sarjana

Sains Kimia

Susunan Tim Penguji

Nama Lengkap

Ketua Penguji : Dr. Hari Sutrisno  
NIP. 19670407 199203 1 002

Sekretaris Penguji : Prof. Dr. Endang Widjajanti LFX  
NIP. 19621203 198601 2 001

Penguji Utama : Prof. K. H. Sugijarto, Ph. D  
NIP. 19480915 196806 1 001

Penguji Pendamping : Dr Cahyorini Kusumawardani  
NIP. 19770723 200312 2 001

Tanda Tangan

  
.....

  
.....

  
.....

Yogyakarta, 10 April 2013  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Negeri Yogyakarta  
Dekan



Dr. Hartono

NIP. 19620329 198702 1 002

## MOTTO

Kemenangan yang seindah – indahnya dan sesukar – sukarnya yang boleh direbut oleh manusia ialah menundukkan diri sendiri. (Ibu Kartini )

Kegagalan hanya terjadi bila kita menyerah. (Lessing)

Selesaikan bukan dari yang paling sulit atau yang paling mudah. Tapi selesaikan apa yang ada di depan mata. (Bong Chandra)

God does not burden/impose a self except its endurance/capability. (QS 02:286)

So that truly with the difficulty/hardship (is) ease/flexibility. That truly with the difficulty/hardship (is) ease/flexibility. (QS 101:5-6)

# PERSEMBAHAN

Setelah sekian waktu tertunda, akhirnya dengan segala kuasa-NYA dan segala ikhtiar yang tersendat-sendat, skripsi ini selesai juga dengan segala keterbatasannya.

Saya persembahkan karya sederhana ini untuk pihak-pihak yang berarti dan berharga dalam hidup saya :

♥ almarhum bapak Muslichun dan almarhumah ibu Siti Amanah yang telah tenang disana. Maaf ananda baru menyelesaikan sekarang dan belum membahagiakan bapak ibu berdua bahkan hingga detik terakhir kebersamaan kita. Namun ada dan tiada bapak ibu, rasa cinta ini tidak akan berkurang sedikitpun. Kami merindukanmu...

♥ almarhum Mas Fauzan Mukharor, meskipun hanya sebentar kita bersama, tapi sudah memberi banyak kenangan indah.

♥ simbah putri Suwartini/Abdullah Sandry dan adik Muhammad Ghufro, maaf untuk semua pengorbanan dan penantian selama ini. Semoga kehidupan kita bertiga semakin indah.

♥ calon imam Izur beserta keluarga besar di Ampel Boyolali. Terimakasih untuk kasih sayang dan perhatian selama ini. Semoga Allah segera menyatukan keluarga kita.

♥ yang tercinta dan yang telah membantu terselesainya studi ini :  
keluarga besar Om Ikhsan Zahir, keluarga besar Om Nanang Nurdin,  
keluarga besar Om Ilham, keluarga besar Mas Kodrad Winarno, Ibu  
Sulastri, mba Septiyantinur, keluarga besar Sofia Astuti, rekan  
seperjuangan (Ratih Agustin, M. Subiyakto, Tri Setiowati, Sarwono),  
keluarga besar Vika Elvira , keluarga besar mba Indah Dwi Lestari,  
keluarga besar Muhammad Arwin Aditya, keluarga besar kimia reguler  
2006 (Nunung, Karin, Sofi, Ulfi, Johan, Ratih, Dheva, Kiki, Danis,  
Tanjung, Yesi, Indah, Tryas, Tyas, Titis, Adit, Fajar, Dona, Rosi, Arif  
hidayat, Lisna, Ambar, Dian Kartika, Dian Ratna, Arif Akhmadi,  
Vian, Anissa, Apri, Bayu, Rohmad, Udin, Galuh, Mabs, Irma, Nina,  
Dika, Radit, Sari, Yoga, Zaenal, Galuh, Rita ), keluarga besar Volunteer  
Pemandu Taman Pintar, keluarga besar MAN 2 Yogyakarta, keluarga  
besar HIMA KIMIA, keluarga besar FORARUSKI.

♥ dan seluruh pihak yang telah membantu, memberi motivasi,  
menemani dan menyemangati, yang tidak disebutkan satu per satu,  
terima kasih tak terbatas. Semoga Allah yang membalas dengan  
kebaikan-kebaikan yang lebih.

## HALAMAN PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Nur Rofiatun

Nomor Mahasiswa : 06307141016

Program Studi : Kimia

Fakultas : MIPA-UNY

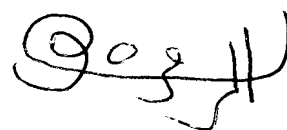
Judul Penelitian : Preparasi Dan Karakterisasi Titanium Dioksida Dalam  
Lingkungan Basa Kuat Natrium Hidroksida

Menyatakan bahwa penelitian ini adalah hasil pekerjaan saya yang tergabung dalam penelitian payung : Dr. Hari Sutrisno.

Dan sepanjang pengetahuan saya tidak berisi materi yang telah dipublikasikan atau ditulis oleh orang lain atau telah dipergunakan dan diterima sebagai persyaratan penyelesaian studi pada universitas atau institusi lain, kecuali pada bagian-bagian tertentu yang telah dinyatakan dalam teks.

Yogyakarta, 14 Maret 2013

Yang Menyatakan



Nur Rofiatun

## **KATA PENGANTAR**

Segala puji dan syukur penulis panjatkan Kehadirat Alloh SWT yang telah melimpahkan Rahmat dan Hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Preparasi Dan Karakterisasi Titanium Dioksida Dalam Lingkungan Basa Kuat Natrium Hidroksida”.

Penulis menyadari bahwa dalam menyelesaikan skripsi ini tidak terlepas dari bimbingan, arahan, bantuan dan motivasi dari berbagai pihak. Oleh karena itu, melalui kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Dr. Hari Sutrisno selaku Ketua Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta dan pembimbing utama, terima kasih atas bimbingan, pertanyaan, saran dan masukannya.
2. Bapak Prof. K. H. Sugijarto, Ph. D selaku penguji utama, terima kasih atas pertanyaan, saran dan masukannya.
3. Ibu Dr Cahyorini Kusumawardani selaku penguji pendamping, terima kasih atas pertanyaan, saran dan masukannya.
4. Ibu Prof. Dr. Endang Widjajanti LFX selaku Ketua Program Studi Kimia dan Koordinator Tugas Akhir Skripsi Kimia FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta dan penguji pendamping, terima kasih atas pertanyaan, saran dan masukannya.
5. Bapak Dr. Hartono selaku Dekan FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.



6. Ibu Dr. Eli Suhaeti selaku Sekretaris Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.
7. Bapak Karim Theresih, SU selaku Penasehat Akademik.
8. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu yang telah membantu dalam penyelesaian Tugas Akhir Skripsi ini.

Penulis menyadari adanya keterbatasan kemampuan, pengetahuan dan pengalaman sehingga dalam penulisan skripsi ini masih terdapat banyak kekurangan. Saran dan kritik yang bersifat membangun sangat penulis harapkan. Akhirnya besar harapan penulis semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca sekalian.

Yogyakarta, Maret 2013

Penulis

## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PERSETUJUAN .....	ii
HALAMAN PENGESAHAN .....	iii
HALAMAN MOTTO .....	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	v
HALAMAN PERNYATAAN .....	vii
KATA PENGANTAR .....	viii
DAFTAR ISI .....	x
DAFTAR TABEL .....	xiii
DAFTAR GAMBAR .....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN .....	xv
ABSTRAK .....	xvi
ABSTRACT .....	xvii

### I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah .....	1
B. Identifikasi Masalah .....	3
C. Pembatasan Masalah .....	3
D. Perumusan Masalah .....	4
E. Tujuan Penelitian .....	4
F. Manfaat Penelitian .....	5

### II. KAJIAN PUSTAKA

A. Deskripsi Teori .....	6
1. Titanium Dioksida .....	6

2. Sintesis Titanium Dioksida .....	8
3. Difraksi Sinar-X .....	9
4. Spektrofotometer UV-Vis .....	12
B. Penelitian Yang Relevan .....	13
C. Kerangka Berfikir.....	15

### **III. METODE PENELITIAN**

A. Subjek Dan Objek Penelitian.....	16
1. Subjek Penelitian .....	16
2. Objek Penelitian .....	16
B. Variabel Penelitian .....	16
1. Variabel Bebas .....	16
2. Variabel Kendali .....	16
3. Variabel Terikat .....	17
C. Alat Dan Bahan Penelitian .....	17
1. Alat Penelitian .....	17
2. Bahan Penelitian .....	17
D. Prosedur Penelitian .....	18
1. Sintesis Titanium Dioksida .....	18
2. Proses Kalsinasi .....	18
E. Teknik Analisa Data .....	18

### **IV. HASIL DAN PEMBAHASAN**

A. Sintesis Titanium Dioksida (TiO <sub>2</sub> ) Dengan Metode Pengendapan Basa .....	20
B. Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Struktur Kristal TiO <sub>2</sub> .....	22
C. Analisis Struktur Mikro Kristal TiO <sub>2</sub> .....	24
D. Analisis Spektrofotometer UV-Vis .....	32

#### **IV. KESIMPULAN DAN SARAN**

A. Kesimpulan .....	35
B. Saran .....	36

<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>37</b>
-----------------------------	-----------

<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>41</b>
-----------------------	-----------

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Puncak-puncak karakteristik pada $\text{TiO}_2$ temperatur kalsinasi 500, 700 dan 900 °C	23
Tabel 2. Parameter kisi dari $\text{TiO}_2$ dengan temperatur kalsinasi 500, 700 dan 900 °C	26
Tabel 3. Data hasil analisis $\text{TiO}_2$ pada temperatur Kalsinasi 500 °C	29
Tabel 4. Data hasil analisis $\text{TiO}_2$ pada temperatur Kalsinasi 700 °C	30
Tabel 5. Data hasil analisis $\text{TiO}_2$ pada temperatur Kalsinasi 900 °C	31
Tabel 6. Harga energi celah pita ( $E_g$ ) pada $\text{TiO}_2$ berbagai temperatur kalsinasi	33

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Struktur alotropik $\text{TiO}_2$ bertipe (a) anatas, (b) rutil, (c) brookit	8
Gambar 2. Pemantulan berkas sinar-x oleh dua bidang kisi dalam kristal	10
Gambar 3. Pola Difraksi Sinar-X $\text{TiO}_2$ Hasil Karakterisasi dengan Perbandingan Temperatur Kalsinasi (a) 100, (b) 300, (c) 500, (d) 700, dan (e) 900 °C.	22
Gambar 4. Pola <i>Fullprof Pattern Matching</i> Produk Serbuk Kristal Titania Hasil Kalsinasi 500 °C selama 2 jam	25
Gambar 5. Pola <i>Fullprof Pattern Matching</i> Produk Serbuk Kristal Titania Hasil Kalsinasi 700 °C selama 2 jam	25
Gambar 6. Pola <i>Fullprof Pattern Matching</i> Produk Serbuk Kristal Titania Hasil Kalsinasi 900 °C selama 2 jam	26
Gambar 7. Penggambaran struktur atom $\text{TiO}_2$ dengan faktor probabilitas (thermal ellipsoids) 80% pada variasi temperatur kalsinasi : (a) 500, (b) 700 dan (c) 900 °C	27
Gambar 8. Penggambaran struktur polihedral $\text{TiO}_2$ hasil sintesis pada variasi temperatur kalsinasi : (a) 500, (b) 700 dan (c) 900 °C	28
Gambar 9. Grafik hasil analisis dengan Spektrofotometer UV-Vis dari berbagai temperatur kalsinasi : (a) 100, (b) 300, (c) 500, (d) 700 dan (e) 900 °C	32

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram alir prosedur penelitian

Lampiran 2. Diagram alir karakterisasi data XRD

Lampiran 3. Penentuan energi celah pita ( $E_g$ )  $\text{TiO}_2$  dengan berbagai variasi temperatur kalsinasi

Lampiran 4. Spektrum peak pick report UV-Vis  $\text{TiO}_2$  temperatur kalsinasi 100 °C

Lampiran 5. Spektrum peak pick report UV-Vis  $\text{TiO}_2$  temperatur kalsinasi 300 °C

Lampiran 6. Spektrum peak pick report UV-Vis  $\text{TiO}_2$  temperatur kalsinasi 500 °C

Lampiran 7. Spektrum peak pick report UV-Vis  $\text{TiO}_2$  temperatur kalsinasi 700 °C

Lampiran 8. Spektrum peak pick report UV-Vis  $\text{TiO}_2$  temperatur kalsinasi 900 °C

Lampiran 9. Difraktogram  $\text{TiO}_2$  temperatur kalsinasi 100 °C

Lampiran 10. Difraktogram  $\text{TiO}_2$  temperatur kalsinasi 300 °C

Lampiran 11. Difraktogram  $\text{TiO}_2$  temperatur kalsinasi 500 °C

Lampiran 12. Difraktogram  $\text{TiO}_2$  temperatur kalsinasi 700 °C

Lampiran 13. Difraktogram  $\text{TiO}_2$  temperatur kalsinasi 900 °C

## **PREPARASI DAN KARAKTERISASI TITANIUM DIOKSIDA DALAM LINGKUNGAN BASA KUAT NATRIUM HIDROKSIDA.**

Oleh :  
Nur Rofiatun  
06307141016

Pembimbing Utama : Dr. Hari Sutrisno

---

### **ABSTRAK**

---

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh variasi temperatur kalsinasi terhadap karakter, struktur mikro, dan energi celah pita  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis

Senyawa  $\text{TiO}_2$  dalam bentuk serbuk telah berhasil disintesis dengan menggunakan metode pengendapan basa dari reaksi senyawa  $\text{TiCl}_4$  dengan larutan basa kuat  $\text{NaOH}$  3 M. Larutan disaring dan dicuci dengan akuades. Produk dikalsinasi dengan variabel temperatur kalsinasi yaitu : 100, 300, 500, 700 dan 900 °C. Karakterisasi serbuk yang diperoleh dilakukan dengan teknik Difraksi Sinar-X (XRD) untuk mengetahui struktur kristal dan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui energi celah pita. Analisis struktur mikro senyawa  $\text{TiO}_2$  dari data Difraksi Sinar-X (XRD) dilakukan dengan menggunakan beberapa program yaitu : winPLOTR, DICVOL, Oscail dan DIAMOND.

Hasil penelitian menunjukkan pada kalsinasi 100 °C,  $\text{TiO}_2$  berbentuk amorf. Pada kalsinasi 300 °C berbentuk semi-kristalin. Dan pada kalsinasi 500, 700 dan 900 °C sudah berbentuk kristalin. Analisis struktur mikro dari data XRD, diperoleh  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis memiliki bentuk kristal rutil, sistem kristal tetragonal dengan group ruang  $P4_2/mnm$ . Pada kalsinasi 500 °C,  $\text{TiO}_2$  memiliki parameter kisi  $a=b=4,6043 \text{ \AA}$  dan  $c=2,9631 \text{ \AA}$ . Untuk  $\text{TiO}_2$  dengan kalsinasi 700 °C, memiliki parameter kisi  $a=b=4,6064 \text{ \AA}$  dan  $c=2,9648 \text{ \AA}$ . Dan untuk  $\text{TiO}_2$  dengan kalsinasi 900 °C, memiliki parameter kisi  $a=b=4,6049 \text{ \AA}$  dan  $c=2,9678 \text{ \AA}$ . Variasi temperatur kalsinasi berpengaruh terhadap energi celah pita  $\text{TiO}_2$ . Energi celah pita yang dihasilkan pada  $\text{TiO}_2$  adalah : untuk 100 °C = 3,34 eV, 300 °C = 3,04 eV, 500 °C = 2,65 eV, 700 °C = 2,38 eV dan 900 °C = 2,11 eV.



# **PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF TITANIUM DIOXIDE ON STRONG BASE ENVIRONMENT OF SODIUM HYDROXIDE**

By :  
Nur Rofiatun  
06307141016

Supervisor : Dr. Hari Sutrisno

---

## **ABSTRACT**

---

The aims of this research is to study the effect of calcination temperature towards the characteristic, the microstructure and the energy band gap of  $\text{TiO}_2$  obtained result.

$\text{TiO}_2$  compound in powder form has been successfully synthesized by using base deposition method from the reaction of compound  $\text{TiCl}_4$  with strong base  $\text{NaOH}$  3 M. The solution was filtered and washed with distilled water. The powders were calcinated with the variable calcination temperature, i.e : 100, 300, 500, 700 dan 900 °C. Characterization of powders obtained using the technique performed by X-Ray Diffraction (XRD) to know crystal structure and spectrophotometer UV-Vis to know band gap energy. Analysis of  $\text{TiO}_2$  from the microstructure of the compound X-Ray diffraction data performed uses several programs, i.e : winPLOT, DICVOL, Oscail and DIAMOND.

The result of XRD pattern of powder calcinated of 100 °C shows  $\text{TiO}_2$  is amorphous. In the calcination temperature of 300 °C its form is in semi-crystalline  $\text{TiO}_2$  and the calcination temperature of 500, 700 and 900 °C its form are in crystalline  $\text{TiO}_2$ . Analysis of microstructure of  $\text{TiO}_2$  obtained rutile crystal form, tetragonal crystal system with space system  $P4_2/mnm$ . In the calcination temperature of 500 °C,  $\text{TiO}_2$  have parameter lattice  $a=b=4,6043 \text{ \AA}$  and  $c=2,9631 \text{ \AA}$ . In the calcination temperature of 700 °C,  $\text{TiO}_2$  have parameter lattice  $a=b=4,6064 \text{ \AA}$  and  $c=2,9648 \text{ \AA}$ . And in the calcination temperature of 900 °C,  $\text{TiO}_2$  have parameter lattice  $a=b=4,6049 \text{ \AA}$  dan  $c=2,9678 \text{ \AA}$ . The ratio calcination temperatures influence the band gap energy. The band gap energy produced of  $\text{TiO}_2$  are : for 100 °C = 3,34 eV, 300 °C = 3,04 eV, 500 °C = 2,65 eV, 700 °C = 2,38 eV and 900 °C = 2,11 eV.

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **A. Latar Belakang Masalah**

Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) merupakan senyawa yang sejak diproduksi secara komersial pada abad ke-20, digunakan untuk banyak aplikasi seperti obat salep [1], pasta gigi [2], bakterisida [3-6], antijamur [5], lapisan pelindung matahari pada cat [7], dan pigmen pada cat, kertas maupun plastik [8].

Morfologi dan sifat-sifat  $\text{TiO}_2$  dipengaruhi oleh jenis prekursor, metode sintesis, temperatur, waktu sintesis, dan jenis basa [9]. Bahan baku yang berbeda akan menghasilkan karakter  $\text{TiO}_2$  yang berbeda pula. Titanium-isopropoksida [10], tetraisopropil ortotitanat (TIOT) [11], garam titanat [12], titanium alkoksida ( $\text{Ti}(\text{OR})_n$ ) dan  $\text{TiCl}_4$  [13] adalah jenis prekursor yang paling banyak digunakan dalam pembuatan  $\text{TiO}_2$  karena menghasilkan  $\text{TiO}_2$  tipe anatas yang memiliki aktivitas fotokatalitik yang baik. Berbagai metode yang banyak digunakan untuk mensintesis titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) antara lain: metode sol-gel [14-17], plasma [18], solvothermal, oksidasi langsung dan deposisi uap kimia [19], hidrotermal [20-21], elektrodposisi [22], gelombang mikro [23], dan pengendapan [24]. Metode pengendapan dipilih karena tidak memerlukan temperatur yang tinggi untuk mensintesis  $\text{TiO}_2$ .

Beberapa peneliti telah melakukan variasi temperatur kalsinasi untuk memperoleh struktur  $\text{TiO}_2$  yang mereka inginkan. Yuan dan Su [2] menyimpulkan bahwa pada temperatur 100-160 °C akan dihasilkan nanotabung  $\text{TiO}_2$ . Sedangkan pada temperatur 180-250 °C akan dihasilkan nanopita  $\text{TiO}_2$ . Kristalinitas titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) dengan struktur kristal anatas dihasilkan pada temperatur kalsinasi 650 °C melalui metode hidrotermal [9]. Temperatur kalsinasi yang lebih tinggi dan waktu kalsinasi yang lebih lama juga bermanfaat untuk pertumbuhan kristal. Ukuran kristal minimum pada dasarnya ditingkatkan dengan menambah waktu dan temperatur sintesis. Berbagai jenis basa sebagai sumber  $\text{OH}^-$  untuk pengoksidan telah digunakan untuk memproduksi  $\text{TiO}_2$ , seperti NaOH, LiOH, KOH [2], dan  $\text{NH}_4\text{OH}$  [25-26]. Dari berbagai jenis basa tersebut yang paling baik adalah NaOH.

Proses kalsinasi akan menyebabkan aglomerasi partikel, pertumbuhan kristal maupun transformasi fasa. Fasa kristal tumbuh di dalam dinding-dinding pori karena perlakuan pemanasan selama kalsinasi. Lama waktu kalsinasi juga mempengaruhi hasil kristal yang terbentuk. Pada temperatur yang sama dengan waktu yang berbeda, maka akan menghasilkan kristal yang berbeda pula. Kalsinasi kristal yang terbentuk dilakukan selama 2 jam. Variasi temperatur kalsinasi dilakukan pertama kali untuk mengetahui kondisi kristal optimum yang dilihat dari puncak anatas.

## **B. Identifikasi Masalah**

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, maka dapat diidentifikasi beberapa masalah sebagai berikut :

1. Metode sintesis sangat berpengaruh terhadap  $\text{TiO}_2$  yang dihasilkan.
2. Prekursor yang digunakan dalam sintesis  $\text{TiO}_2$ .
3. Jenis dan konsentrasi basa yang digunakan dalam sintesis  $\text{TiO}_2$ .
4. Variasi temperatur kalsinasi  $\text{TiO}_2$ .
5. Waktu kalsinasi  $\text{TiO}_2$ .

## **C. Pembatasan Masalah**

Berdasarkan identifikasi masalah yang dikemukakan di atas, maka pada penelitian ini dibatasi pada :

1. Metode sintesis  $\text{TiO}_2$  adalah metode pengendapan basa.
2. Prekursor yang digunakan adalah  $\text{TiCl}_4$ .
3. Jenis dan konsentrasi basa yang digunakan dalam sintesis  $\text{TiO}_2$  adalah  $\text{NaOH}$  3 M.
4. Variasi temperatur kalsinasi  $\text{TiO}_2$  yaitu 100, 300, 500, 700 dan 900 °C.
5. Waktu kalsinasi  $\text{TiO}_2$  dilakukan selama 2 jam.

#### **D. Perumusan Masalah**

Masalah yang dapat dirumuskan dalam penelitian ini antara lain adalah :

1. Bagaimanakah pengaruh variasi temperatur kalsinasi terhadap karakter  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis?
2. Bagaimanakah pengaruh variasi temperatur kalsinasi terhadap struktur mikro  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis?
3. Bagaimanakah pengaruh variasi temperatur kalsinasi terhadap energi celah pita  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis?

#### **E. Tujuan Penelitian**

Secara umum, penelitian ini bertujuan untuk :

1. Mengetahui pengaruh variasi temperatur kalsinasi terhadap karakter  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis.
2. Mengetahui pengaruh variasi temperatur kalsinasi terhadap struktur mikro  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis.
3. Mengetahui pengaruh variasi temperatur kalsinasi terhadap energi celah pita  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis.

## **F. Manfaat Penelitian**

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat antara lain :

1. Meningkatkan pengetahuan terhadap metode sintesis senyawa titanium dioksida.
2. Meningkatkan pengetahuan tentang analisis struktur mikro titanium dioksida.

## **BAB II**

### **KAJIAN PUSTAKA**

#### **A. Deskripsi Teori**

##### **1. Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ )**

Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) juga bisa disebut sebagai titania atau titanium (IV) oksida yang merupakan bentuk oksida dari titanium. Secara kimia, dapat dituliskan sebagai  $\text{TiO}_2$ . Titanium dioksida adalah material berpori yang mempunyai luas permukaan yang besar dengan struktur permukaan yang terkontrol, sehingga mampu meningkatkan reaksi permukaan dan memiliki kemampuan transpor elektron yang tinggi. Titanium dioksida fasa anatas dimanfaatkan secara luas sebagai pigmen, UV absorber, coating, fotokatalis dan elektroda dalam sel surya. Partikel  $\text{TiO}_2$  murni merupakan padatan berwarna putih dan memiliki titik lebur  $1855\text{ }^\circ\text{C}$ , bersifat asam, tidak larut dalam air, asam klorida, asam sulfat encer dan alkohol, tapi larut dalam asam sulfat pekat dan asam fluorida [27].

$\text{TiO}_2$  memiliki indeks bias yang sangat tinggi dan memiliki tiga fasa kristal yang sering dijumpai, yaitu anatas, rutil dan brookit. Hanya anatas dan rutil saja yang keberadaannya di alam cukup stabil [28]. Keduanya berperan penting dalam aktivitas fotokatalitik. Secara termodinamika fasa kristal anatas kurang stabil bila dibandingkan dengan rutil, tetapi pembentukannya lebih disukai pada temperatur rendah [29].

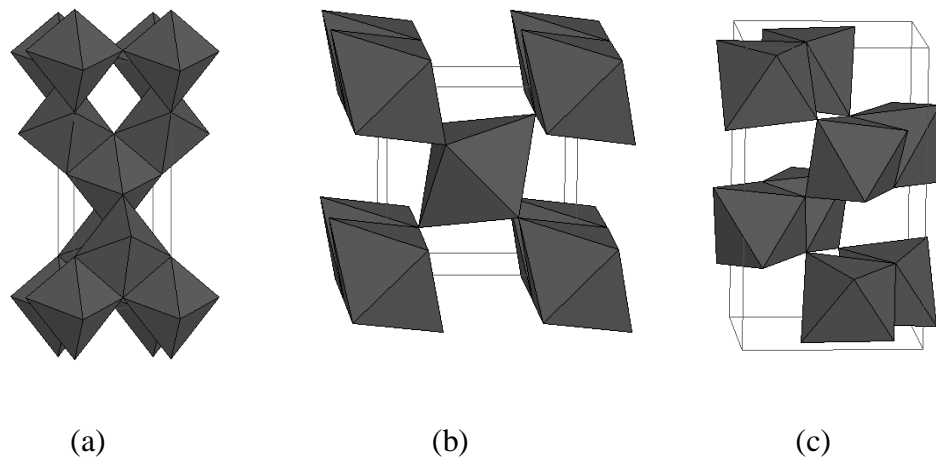
Anatas memiliki sistem kristal tetragonal dan grup ruang  $141/amd$ , dengan parameter kisi,  $a = 3,804 \text{ \AA}$  dan  $c = 9,614 \text{ \AA}$ . Strukturnya dapat digambarkan dalam keteraturan tiga dimensi terhubung antara sisi (garis potong dua bidang)/samping dan puncak dari oktahedral  $TiO_6$ . Struktur yang lebih detail menunjukkan bahwa oktahedral terhubung melalui sisi searah sumbu **a** membentuk suatu rantai zig-zag. Rantai zig-zag tersebut terhubung satu sama lain melalui puncak pada arah sumbu **b**, menghasilkan suatu lapisan bidang **ab**. Akhirnya lapisan tersebut saling berhubungan searah sumbu **c** melalui sisi untuk membentuk jaringan tiga dimensi, seperti pada Gambar 1(a).

Rutil mengkristal dalam sistem tetragonal dan grup ruang  $P4/mnm$ , dengan parameter kisi :  $a = 4,5845 \text{ \AA}$  dan  $c = 2,9533 \text{ \AA}$ . Strukturnya digambarkan sebagai hasil penumpukan heksagonal pejal dari atom oksigen. Setiap oktahedral terhubung dengan oktahedral lain membentuk rantai tak terbatas yang berkembang searah sumbu **c**, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1(b). Dan setiap rantai tersebut saling terhubung dengan empat rantai tetangganya melalui puncak membentuk jaringan tiga dimensi.

Struktur brookit dihasilkan dari keteraturan tiga dimensi oktahedral yang terhubung melalui pertemuan samping dan ujung. Oktahedral-oktahedral  $TiO_6$  membentuk suatu rantai melalui pertemuan samping yang bermotif zig-zag searah sumbu **c**. Rantai-rantai ini berkembang ke arah samping searah sumbu **b** yang menyusun suatu lapisan rantai ganda dalam



bidang **bc**. Lapisan-lapisan ini terhubung searah sumbu **a** melalui pertemuan puncak, seperti pada Gambar 1(c).



Gambar 1. Struktur alotropik TiO<sub>2</sub> bertipe (a) anatase, (b) rutil, (c) brookit

Kemampuan fotoaktivitas semikonduktor TiO<sub>2</sub> dipengaruhi oleh morfologi, luas permukaan, kristalinitas dan ukuran partikel. Fasa anatase diketahui lebih fotoaktif daripada fasa rutil. Hal ini disebabkan karena energi celah pita ( $E_g$ ) anatase lebih tinggi (3,2 eV) daripada  $E_g$  rutil (3,0 eV).

## 2. Sintesis TiO<sub>2</sub>

Berbagai metode telah banyak dilakukan untuk preparasi TiO<sub>2</sub>, seperti metode sol-gel [14-17], plasma [18], solvothermal, oksidasi langsung dan deposisi uap kimia [19], hidrotermal [20-21], gelombang mikro, deposisi uap kimia-fisika, sonokimia dan elektrodposisi. Metode

yang akan digunakan dalam sintesis  $\text{TiO}_2$  di penelitian ini menggunakan metode pengendapan basa dengan basa NaOH.

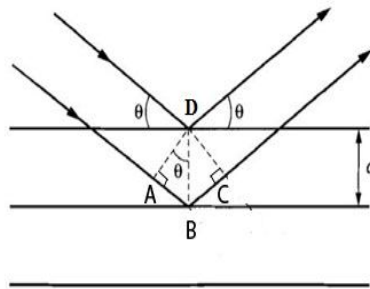
Metode pengendapan diawali dengan pencampuran dua atau lebih larutan atau suspensi dari material yang menyebabkan pengendapan, dan diikuti dengan penyaringan, pencucian, pembentukan, pengeringan dan pemanasan.

### 3. Difraksi sinar-X

Difraksi sinar-X merupakan salah satu cara karakterisasi material yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi struktur dari material mikropori, mesopori dan makropori. Alat yang digunakan disebut *X-Ray Diffractometer* (XRD). Melalui analisis XRD dapat diketahui dimensi kisi ( $d$  = jarak antar kisi) dalam struktur mineral, sehingga dapat ditentukan apakah suatu material mempunyai kerapatan yang tinggi atau tidak.

Sampel berupa serbuk padatan kristalin yang memiliki sejumlah besar kristal kecil dengan diameter butiran kristalnya sekitar  $10^{-7} - 10^{-4}$  m ditempatkan pada suatu plat kaca dalam difraktometer. Pola difraksi yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif yang bervariasi sepanjang nilai  $2\theta$  tertentu. Besarnya intensitas relatif puncak dari deretan puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada, dan distribusinya di dalam sel satuan material tersebut. Pola difraksi setiap padatan kristalin khas, yang bergantung pada kisi kristal, unit parameter, dan panjang gelombang sinar-X yang digunakan. Dengan

demikian, sangat kecil kemungkinan dihasilkan pola difraksi yang sama untuk suatu padatan kristalin yang berbeda.



Gambar 2. Pemantulan berkas sinar-X oleh dua bidang kisi dalam kristal

Perbedaan jarak yang ditempuh =  $n \lambda$ , dimana  $n$  = orde (1,2,3,4,..) dan  $\lambda$  = panjang gelombang. Perbedaan jarak yang ditempuh oleh dua gelombang sinar-X adalah sama dengan  $BA + BC$ . Karena itu, untuk interferensi yang konstruktif akan diperoleh :

$$BA + BC = n \lambda \quad (BA = BC = d \sin \theta)$$

$$\text{Jadi, } 2 d \sin \theta = n \lambda \quad (\text{persamaan Bragg})$$

dengan  $n$  = orde difraksi

$\lambda$  = panjang gelombang sinar-X

$d$  = jarak antar kisi

$\theta$  = sudut difraksi

Difraksi sinar-X hanya akan terjadi pada sudut tertentu sehingga suatu zat akan mempunyai pola difraksi tertentu. Prinsip dasar XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal, sebagian sinar tersebut akan dihamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke

lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan). Hamburan sinar yang berinterferensi konstruktif inilah yang digunakan untuk analisis.

Di dalam kisi kristal, tempat kedudukan sederetan ion atau atom disebut bidang kristal. Bidang kristal ini berfungsi sebagai cermin untuk merefleksikan sinar-X yang datang. Posisi dan arah dari bidang kristal ini disebut Indeks Miller. Setiap kristal mempunyai bidang kristal dengan posisi dan arah yang khas, sehingga jika disinari dengan sinar-X pada analisis XRD akan memberikan pola difraktogram yang khas pula.

Analisis XRD akan menghasilkan pola difraksi kristal berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif yang bervariasi sepanjang nilai  $2\theta$  tertentu.

Rutil ditandai dengan adanya puncak pada  $2\theta$  sekitar 27, 36, 39, 41, 44, 54, 56, 62 dan  $64^\circ$  dengan hkl berturut-turut 110, 101, 200, 111, 210, 211, 220, 002 dan 310 (JCPDS No. 21-1276). Anatase ditunjukkan dengan puncak-puncak pada  $2\theta$  sekitar 25, 38, 48, 51 dan  $55^\circ$  dengan hkl berturut-turut 101, 004, 200, 105 dan 211 (JCPDS No. 21-1272).

Difraktogram yang dihasilkan digunakan sebagai input data pada program winPLOTR untuk menentukan parameter kisi. Selanjutnya dilakukan penghalusan data dengan menggunakan *Fullprof Pattern Matching*. Kemudian menentukan posisi atom-atom dengan menggunakan metode *Direct* dan digambarkan secara visual menggunakan program DIAMOND.

#### 4. Spektrofotometer UV-Vis

Spektroskopi adalah studi mengenai interaksi cahaya dengan atom dan molekul. Radiasi cahaya atau elektromagnet dapat dianggap menyerupai gelombang. Dasar spektrofotometer UV-Vis adalah serapan cahaya. Bila cahaya jatuh pada senyawa, maka sebagian dari cahaya diserap oleh molekul-molekul sesuai dengan struktur dari molekul senyawa tersebut. Serapan cahaya oleh molekul dalam daerah spectrum UV-Vis tergantung pada struktur elektronik dari molekul. Spektra UV-Vis dari senyawa-senyawa organik berkaitan erat dengan transisi-transisi diantara tingkatan-tingkatan tenaga elektronik. Oleh sebab itu, serapan radiasi UV-Vis sering dikenal sebagai spektroskopi elektronik. Keuntungan dari serapan ultraviolet yaitu gugus-gugus karakteristik dapat dikenal dengan molekul-molekul yang sangat kompleks [30].

Panjang gelombang cahaya UV-Vis jauh lebih pendek daripada panjang gelombang radiasi inframerah. Spektrum sinar tampak terentang dari sekitar 400 nm (ungu) sampai 750 nm (merah), sedangkan spektrum ultraviolet terentang dari 100 nm sampai 400 nm. Kuantitas energi yang diserap oleh suatu senyawa berbanding terbalik dengan panjang gelombang radiasi :

$$\Delta E = h \nu = hc / \lambda$$

dengan  $\Delta E$  = energi yang diabsorpsi, dalam erg

$h$  = tetapan Plank,  $6.6 \times 10^{-27}$  erg det<sup>-1</sup>

$\nu$  = frekuensi, dalam Hz

$c$  = kecepatan cahaya,  $3 \times 10^{10}$  cm/det

$\lambda$  = panjang gelombang, dalam cm

Spektrum ultraviolet adalah suatu gambar antara panjang gelombang atau frekuensi serapan lawan intensitas serapan (transmitasi atau absorbansi). Spektroskopi UV-Vis digunakan untuk menentukan gugus kromofor yang terdapat dalam sampel. Istilah kromofor digunakan untuk menyatakan gugus tak jenuh kovalen yang dapat menyerap radiasi dalam daerah-daerah UV-Vis [30].

Daerah UV yang paling banyak penggunaannya secara analitik mempunyai panjang gelombang 200 – 380 nm dan disebut sebagai UV pendek (dekat). Sedangkan panjang gelombang daerah tampak (*visible*) berkisar antara 380 – 780 nm [30].

Karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis akan menghasilkan spektrum berupa panjang gelombang lawan absorbansi. Energi celah pita dihitung menggunakan panjang gelombang maksimum.

Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) merupakan semikonduktor dengan energi celah pita ( $E_g$ ) 3,0-3,2 eV dan transparan di daerah sinar tampak. Kristal anatas memiliki  $E_g$  3,2 eV lebih besar dibandingkan kristal rutil ( $E_g = 3,0$  eV).

## **B. Penelitian yang Relevan**

Preparasi dan karakterisasi titanium dioksida dalam lingkungan basa kuat natrium hidroksida yang akan dilakukan dalam penelitian ini

didasarkan pada beberapa penelitian lain yang telah dilakukan. Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) merupakan semikonduktor dengan energi celah pita ( $E_g$ ) 3,0-3,2 eV dan transparan di daerah sinar tampak.  $\text{TiO}_2$  berada dalam tiga struktur kristal yang berbeda yaitu anatase, rutil dan brookite. Energi celah pita ( $E_g$ )  $\text{TiO}_2$  tergantung dari rasio bentuk kristalnya, dimana bentuk kristal anatase memiliki  $E_g$  3,2 eV lebih besar dibandingkan kristal rutil ( $E_g = 3,0$  eV). Seo *et.al* [24] mengatakan bahwa kristal fasa anatase dapat terbentuk pada temperatur 400 °C. Kristalinitas fasa anatase yang terbentuk tersebut akan meningkat selama dilakukan peningkatan dalam pemanasan. Transformasi fasa anatase ke fasa rutil terjadi pada temperatur 700 °C dan fasa rutil tersebut terlihat pada temperatur 800 °C.

Wang *et.al*. [31] melaporkan bahwa titanium dioksida *nanowire* dapat bertransformasi menjadi bentuk nanotabung. Kristalinitas fasa meningkat seiring peningkatan temperatur kalsinasi. Sehingga kristal fasa anatase akan terbentuk pada temperatur 300 °C dan bertransformasi dalam fasa rutil pada temperatur 700 °C, tetapi nanotabung yang pada awal sintesis berubah morfologi ke dalam bentuk *nanoplate*.

Doai Wang *et.al* [32] meneliti tentang pembentukan anatase  $\text{TiO}_2$  nanotabung pada temperatur 400 °C dengan menggunakan larutan NaOH dengan konsentrasi 10 M. Hasil yang diperoleh, nanokristal fasa anatase nanotabung dengan ukuran diameter 3-4 nm untuk diameter dalam dan 9-10 nm untuk diameter luar.

Rica Funti Asmoro [33] mempelajari pengaruh variasi konsentrasi NaOH-temperatur kalsinasi pada sintesis titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) dengan metode pengendapan basa teknik refluks. Hasil yang diperoleh kristalinitas senyawa akan semakin meningkat setelah dilakukan pemanasan yang tinggi dan konsentrasi yang besar pula.

Adanya penelitian-penelitian yang telah dilakukan seperti disebutkan di atas menjadi dasar pemikiran untuk meneliti kemungkinan mensintesis  $\text{TiO}_2$  menggunakan basa pengendap NaOH dengan konsentrasi 3 M dan variasi temperatur kalsinasi 100, 300, 500, 700 dan 900 °C.

### **C. Kerangka Berpikir**

Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) dapat digunakan untuk obat salep, antijamur, bakterisida, pasta gigi maupun bahan pewarna plastik dan kertas.  $\text{TiO}_2$  dapat diperoleh dengan cara mensintesis bahan yang mengandung titanium seperti  $\text{TiCl}_4$  dicampur dengan basa pengendap yang merupakan larutan alkali yang mampu mengendapkan ion-ion logam, antara lain NaOH.

Variasi temperatur kalsinasi akan sangat mempengaruhi struktur kristal yang diperoleh. Hal ini dibuktikan bahwa jika temperatur kalsinasi dinaikkan, maka puncak spektra kristal akan naik, puncak yang terbentuk tajam dan terpisah dengan jelas.



### **BAB III**

#### **METODE PENELITIAN**

Titanium dioksida ini diperoleh dari titanium tetraklorida ( $\text{TiCl}_4$ ) yang direaksikan dengan basa kuat natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ) melalui metode pengendapan basa.

##### **A. Subjek dan Objek Penelitian**

###### **1. Subjek Penelitian**

Subjek penelitian ini adalah titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ).

###### **2. Objek Penelitian**

Objek penelitian ini adalah karakter titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) hasil sintesis.

##### **B. Variabel Penelitian**

###### **1. Variabel Bebas**

Variabel bebas yang digunakan dalam penelitian ini adalah variasi temperatur dalam kalsinasi, yaitu 100, 300, 500, 700 dan 900 °C.

###### **2. Variabel Kendali**

Variabel kendali yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. Metode yang digunakan adalah metode pengendapan basa
2. Jenis dan konsentrasi basa adalah  $\text{NaOH}$  3 M.

### 3. Variabel Terikat

Variabel terikat yang akan ditentukan dalam penelitian ini adalah karakter senyawa hasil sintesis yang dipengaruhi oleh variasi temperatur kalsinasi.

## C. Alat dan Bahan Penelitian

### 1. Alat yang digunakan

- a. Alat-alat gelas, diantaranya : gelas beaker (*Pyrex*), corong gelas, pengaduk gelas, pipet tetes, pipet volume, kaca arloji, buret.
- b. Krus porselen
- c. Neraca analitik
- d. Almari asam
- e. Oven
- f. *Muffle furnace*
- g. Penyaring mikro
- h. Difraktometer sinar-X (XRD Rigaku Multiflex)
- i. Spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu 2450)

### 2. Bahan yang digunakan

- a.  $\text{TiCl}_4$  (Merck 99%,  $\rho = 1,728 \text{ kg/lt}$ )
- b. NaOH 3 M
- c. Akuades

## **D. Prosedur Penelitian**

### **1. Sintesis Titanium Dioksida**

Titanium tetraklorida ( $\text{TiCl}_4$ ) sebanyak 25 mL dimasukkan ke dalam gelas beker. Buret yang berisi natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ) sebanyak 25 mL disiapkan di dalam lemari asam.  $\text{NaOH}$  diteteskan sedikit demi sedikit ke dalam gelas beker berisi  $\text{TiCl}_4$  hingga berlebih sambil diaduk dengan pengaduk gelas. Selanjutnya disaring dan dicuci dengan aquades.

### **2. Proses kalsinasi**

Endapan yang dihasilkan dikalsinasi dengan memanaskan ke dalam *muffle furnace* dengan variasi temperatur 100, 300, 500, 700 dan 900 °C selama 2 jam.

## **E. Teknik Analisa Data**

### **1. Analisis Data Dari Difraksi Sinar-x**

- a. Data dari difraksi sinar-x diubah ke dalam bahasa winPLOTR dengan menggunakan program winPLOTR
- b. Setelah bahasanya berubah kemudian ditentukan parameter kisi dengan menggunakan DICVOL.
- c. Setelah diperoleh parameter kisi kemudian diidentifikasi group ruangnya dengan menggunakan program Checkcell.

- d. Agar data yang diperoleh bagus maka dilakukan *smoothing* pada difraksi sinar-x dengan menggunakan program *fullprof pattern matching*.
- e. Dari penghalusan data lalu ditentukan posisi atom-atom dengan menggunakan program Metode *Direct*.
- f. Struktur secara visual dari data di atas diperoleh dengan menggunakan program DIAMOND.

## 2. Penentuan Serapan Berbagai Fasa Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) Hasil Sintesis Terhadap Cahaya Tampak

Titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) murni hanya aktif di daerah ultraviolet. Untuk mengetahui panjang gelombang serapan TiO<sub>2</sub> hasil sintesis digunakan spektrofotometer UV-Vis. Perhitungan  $E_g$  dari TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dapat menggunakan rumus :

$$E_g = \frac{h \cdot c}{\lambda}$$

Dengan  $E_g$  = energi celah pita

$h$  = tetapan Planck =  $6,626 \times 10^{-34}$  J.detik

$c$  = kecepatan cahaya =  $2,998 \times 10^8$  m/detik

$1 \text{ eV} = 1,6 \times 10^{-19} \text{ J}$

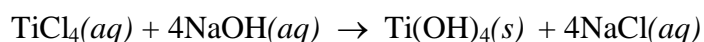
## **BAB IV**

### **HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN**

#### **A. Sintesis Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) Dengan Metode Pengendapan Basa**

Titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) disintesis dengan metode pengendapan basa, yaitu diawali dengan pencampuran dua atau lebih larutan atau suspensi dari material yang menyebabkan pengendapan, dan diikuti dengan penyaringan, pencucian, pembentukan, pengeringan dan pemanasan.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah titanium tetraklorida (TiCl<sub>4</sub>) 99% yang memiliki berat jenis 1,728 kg/L. Basa yang digunakan dalam penelitian ini adalah basa kuat NaOH 3 M. Parameter yang digunakan dalam penelitian ini adalah perbandingan temperatur kalsinasi yaitu 100, 300, 500, 700 dan 900 °C selama 2 jam. Prosedur kerja sintesis senyawa TiO<sub>2</sub> dapat dilihat pada reaksi berikut :



Larutan dibuat dari 25 mL titanium tetraklorida (TiCl<sub>4</sub>) yang direaksikan dengan 22,5 mL natrium hidroksida (NaOH) berlebih yang lalu diaduk dalam temperatur kamar. Larutan yang semula tak berwarna, kemudian akan berubah menjadi larutan berwarna putih kekuningan. Larutan yang terbentuk kemudian diaduk hingga menghasilkan endapan berwarna putih.

Selanjutnya larutan disaring menggunakan penyaring mikro. Endapan yang tertinggal dicuci dengan akuades hingga endapan bebas klorida, yaitu

ditandai dengan warna kuning pada larutan menghilang. Keberadaan klorida dalam endapan dapat menyebabkan penurunan keasaman yang nantinya mempengaruhi hasil sintesis. Selain itu, pencucian dengan akuades dilakukan untuk menghilangkan sisa-sisa senyawa  $\text{OH}^-$ ,  $\text{Na}^+$ , dan  $\text{Cl}^-$  serta mempercepat rekasi pengikatan  $\text{OH}^-$  oleh akuades itu sendiri.

Setelah penyaringan dan pencucian larutan selesai, maka endapan yang tertinggal di penyaring mikro dikeringkan dengan cara dimasukkan ke dalam oven pada temperatur  $80^\circ\text{C}$  hingga kering. Pengeringan dilakukan dengan tujuan mengurangi kadar air yang terikat di dalam endapan tersebut.

Setelah serbuk  $\text{TiO}_2$  kering, serbuk dimasukkan ke dalam krus dan dikalsinasi dengan *muffle furnace* pada temperatur 100, 300, 500, 700 dan  $900^\circ\text{C}$  selama 2 jam, terhitung saat *muffle furnace* menunjukkan temperatur yang dikehendaki.

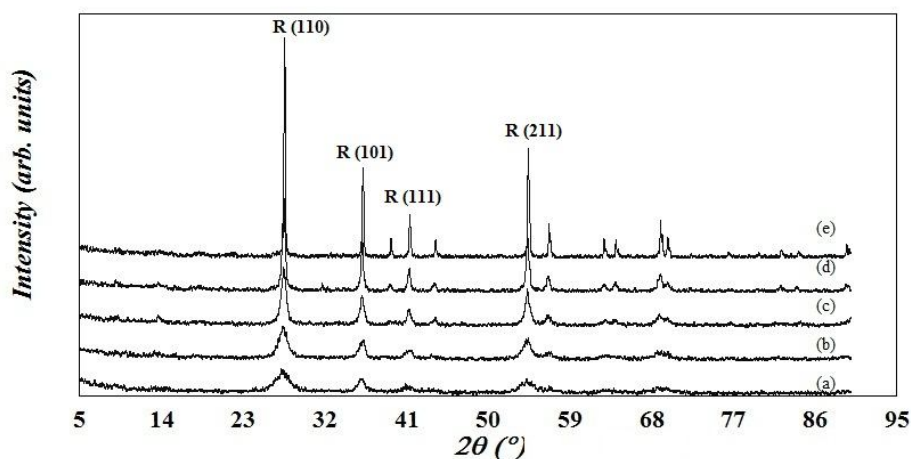
Kemudian serbuk padatan titanium dioksida hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui struktur kristal, ukuran dan kristalinitas  $\text{TiO}_2$ . Serta karakterisasi menggunakan UV-Vis untuk mengetahui panjang gelombang berbagai fasa titanium dioksida dan energi celah pitanya.

## **B. Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Struktur Kristal $\text{TiO}_2$**

Analisis difraksi sinar-X  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis dilakukan menggunakan alat difraktometer sinar-X (XRD) pada daerah  $2^\circ \leq 2\theta \leq 90^\circ$  menggunakan sumber

radiasi  $\text{CuK}\alpha$  yang memiliki panjang gelombang karakteristik untuk radiasi  $k\alpha=1,54060 \text{ \AA}$ , pada tegangan 40,0 kV arus 30,0 mA, serta nikel sebagai filternya.

Karakterisasi dengan menggunakan difraksi sinar-X digunakan untuk mengetahui klasifikasi sistem kristal dan parameter kisi berupa besarnya nilai sisi a, b dan c serta besarnya sudut antar bidang kristal yang didapat dari penelitian. Pola difraksi sinar-X yang dipantulkan oleh permukaan kristal titanium dioksida hasil penelitian seperti pada Gambar 3.



Gambar 3. Pola Difraksi Sinar-X  $\text{TiO}_2$  Hasil Karakterisasi dengan Perbandingan Temperatur Kalsinasi (a) 100, (b) 300, (c) 500, (d) 700, dan (e) 900 °C.

Pola difraksi sinar-X di atas menunjukkan hasil penelitian dari senyawa  $\text{TiO}_2$ , dimana senyawa yang dikalsinasi pada temperatur 100 °C masih berupa amorf, pada temperatur 300 °C merupakan senyawa yang berupa semi-kristalin dengan kristalinitas yang rendah. Sedangkan pada temperatur 500, 700 dan 900 °C sudah berbentuk kristalin.

Berdasarkan transisi pembentukan kristal  $\text{TiO}_2$ , maka temperatur kalsinasi atau pemanasan yang dilakukan pada temperatur 500, 700 dan 900 °C

mengakibatkan atom-atom penyusun  $\text{TiO}_2$  saling bergerak dan saling menyusun suatu bentuk kristal, maka dengan semakin bertambahnya temperatur kalsinasi semakin cepat pula atom-atom bergerak dan semakin cepat pula menyusun bentuk kristal.

Kemudian dari pola difraksi pada Gambar 3 dan sesuai dengan data difraksi sinar-X maka puncak-puncak  $2\theta$  pola difraksi sinar-X dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Puncak-puncak karakteristik pada  $\text{TiO}_2$  temperatur kalsinasi 500, 700 dan 900 °C

$\text{TiO}_2$ 500 °C		$\text{TiO}_2$ 700 °C		$\text{TiO}_2$ 900 °C	
$2\theta$	$I/I_0$	$2\theta$	$I/I_0$	$2\theta$	$I/I_0$
13,642	14,5	8,965	6,3	27,619	100
27,519	100	13,625	5,2	36,24	40,5
36,12	52,7	18,066	4,2	39,356	7,5
39,223	7,3	27,5	100	41,4	19,4
41,301	27,3	31,742	7,3	44,238	7
44,221	12,7	36,161	53,1	54,441	49,3
47,068	5,5	39,162	7,3	56,74	15
54,341	65,5	41,379	24	62,802	7,9
56,502	16,4	44,083	8,3	64,118	7,5
56,943	12,7	54,4	54,2	69,021	16,3
62,843	7,3	56,639	14,6	69,219	9,7
64,04	7,3	62,762	6,3	69,82	8,4
68,843	14,5	64,022	8,3	76,577	1,3
69,72	7,3	68,961	13,5	79,786	1,8
72,728	5,5	69,762	6,3	82,359	3,1
84,449	7,3	82,224	6,3	84,204	2,6
89,64	5,5	84,06	4,2	89,538	4,4
-	-	89,404	6,3	89,803	2,2

Berdasarkan data yang ditunjukkan oleh Tabel 1 dan Gambar 3, ada perbedaan hasil yang diperoleh dari tiap-tiap temperatur kalsinasi. Pada temperatur 100 °C, kristal  $\text{TiO}_2$  masih berbentuk amorf oleh karenanya puncak

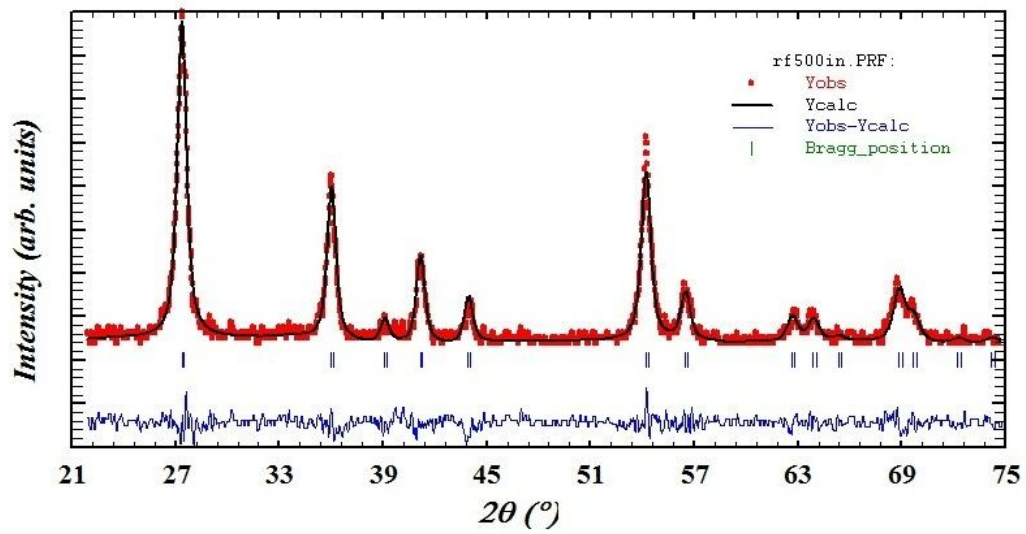


yang terlihat tidak terlalu tajam atau dapat dikatakan kristal  $\text{TiO}_2$  belum terbentuk sempurna. Pada temperatur kalsinasi  $300^\circ\text{C}$  berbentuk semi-kristalin yang mana dalam gambar ditunjukkan dengan mulai terbentuknya puncak-puncak walaupun bentuknya tidak tajam.  $\text{TiO}_2$  dengan temperatur kalsinasi 500, 700 dan  $900^\circ\text{C}$  sudah berbentuk kristalin dengan adanya kenaikan kristalinitasnya seiring naiknya temperatur.

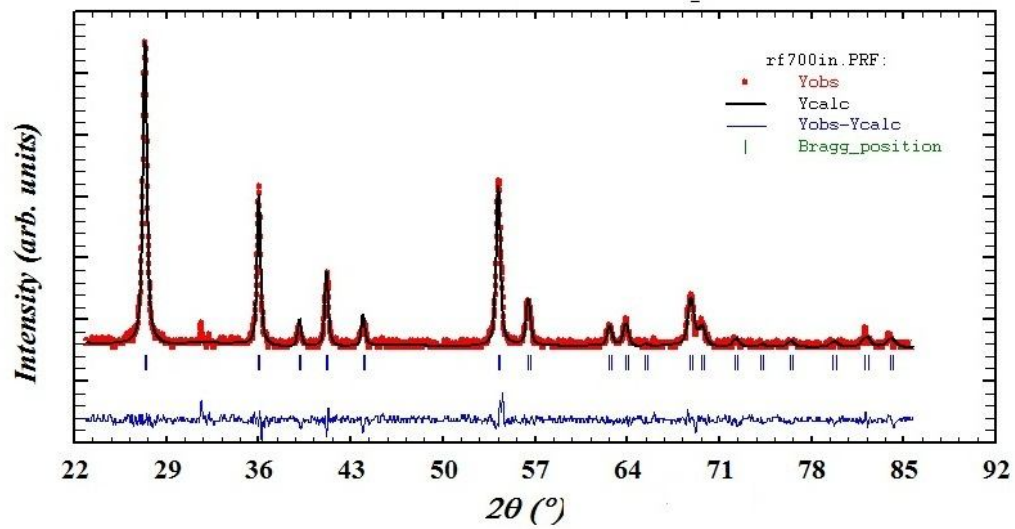
### C. Analisis Struktur Mikro Kristal $\text{TiO}_2$

Dari hasil karakterisasi XRD yang didapat seperti pada Gambar 3, puncak yang didapat dari temperatur kalsinasi 100, 300, 500, 700 dan  $900^\circ\text{C}$  menunjukkan tidak adanya perubahan, yang artinya puncak-puncak yang muncul di daerah yang sama. Untuk analisis struktur mikro hanya menggunakan tiga sampel yaitu sampel dengan temperatur kalsinasi 500, 700 dan  $900^\circ\text{C}$ , karena pada temperatur-temperatur tersebut kristalinitasnya lebih tinggi.

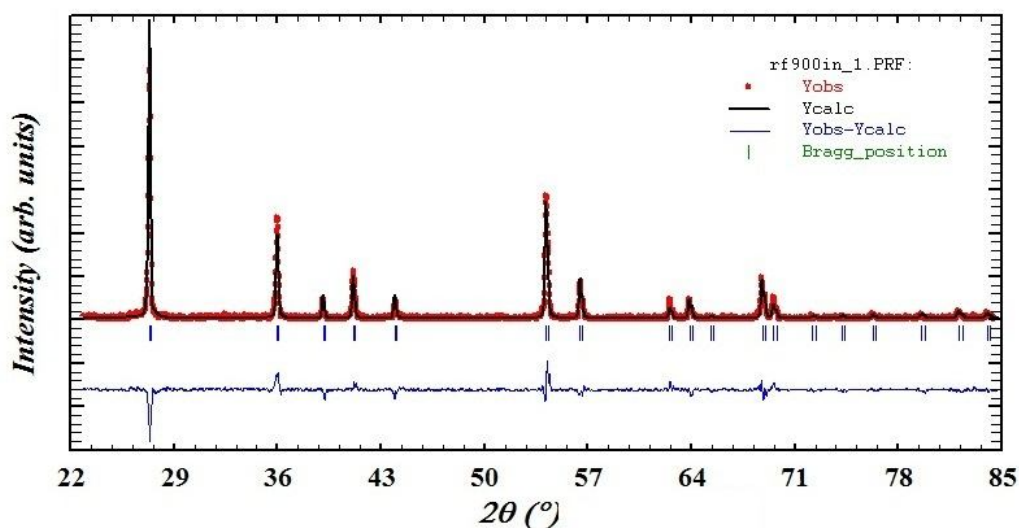
Data XRD yang berupa X dan Y dapat digambarkan dengan *Fullprof Pattern Matching* dan diperoleh pola seperti ditunjukkan pada Gambar 4, 5 dan 6.



Gambar 4. Pola *Fullprof Pattern Matching* Produk Serbuk Kristal Titania Hasil Kalsinasi 500 °C selama 2 jam.



Gambar 5. Pola *Fullprof Pattern Matching* Produk Serbuk Kristal Titania Hasil Kalsinasi 700 °C selama 2 jam.



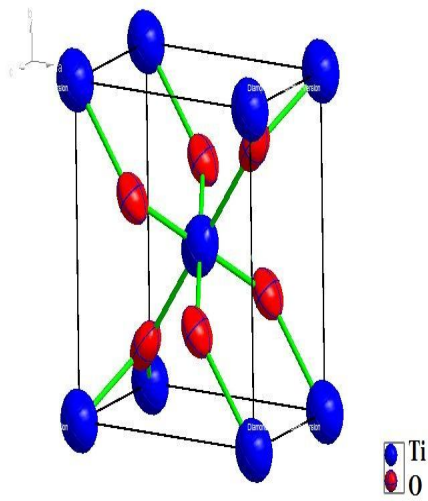
Gambar 6. Pola *Fullprof Pattern Matching* Produk Serbuk Kristal Titania Hasil Kalsinasi 900 °C selama 2 jam.

Berdasarkan hasil analisis *Fullprof Pattern Matching* diperoleh bahwa serbuk kristal titania temperatur kalsinasi 500, 700 dan 900 °C memiliki bentuk kristal rutil, sistem kristal tetragonal dengan group ruang  $P4_2/mnm$  dan data parameter kisi yang ditunjukkan oleh Tabel 2.

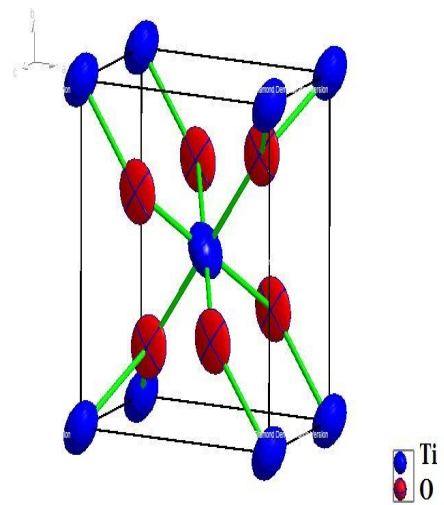
Tabel 2. Parameter kisi dari  $TiO_2$  dengan temperatur kalsinasi 500, 700 dan 900 °C

Sampel	a (Å)	b (Å)	c (Å)
$TiO_2$ 500 °C	4,604320	4,604320	2,963073
$TiO_2$ 700 °C	4,606401	4,606401	2,964843
$TiO_2$ 900 °C	4,604890	4,604890	2,967845

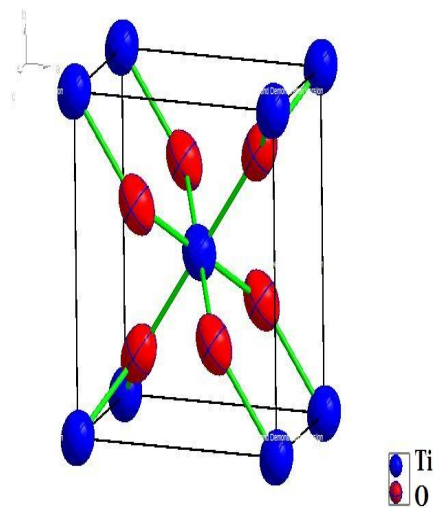
Berdasarkan data pada Tabel 2, maka struktur dari  $TiO_2$  dapat digambarkan menggunakan program DIAMOND seperti pada Gambar 7(a), 7(b) dan 7(c). Selanjutnya penggambaran polihedralnya ditunjukkan pada Gambar 8(a), 8(b) dan 8(c).



(a)

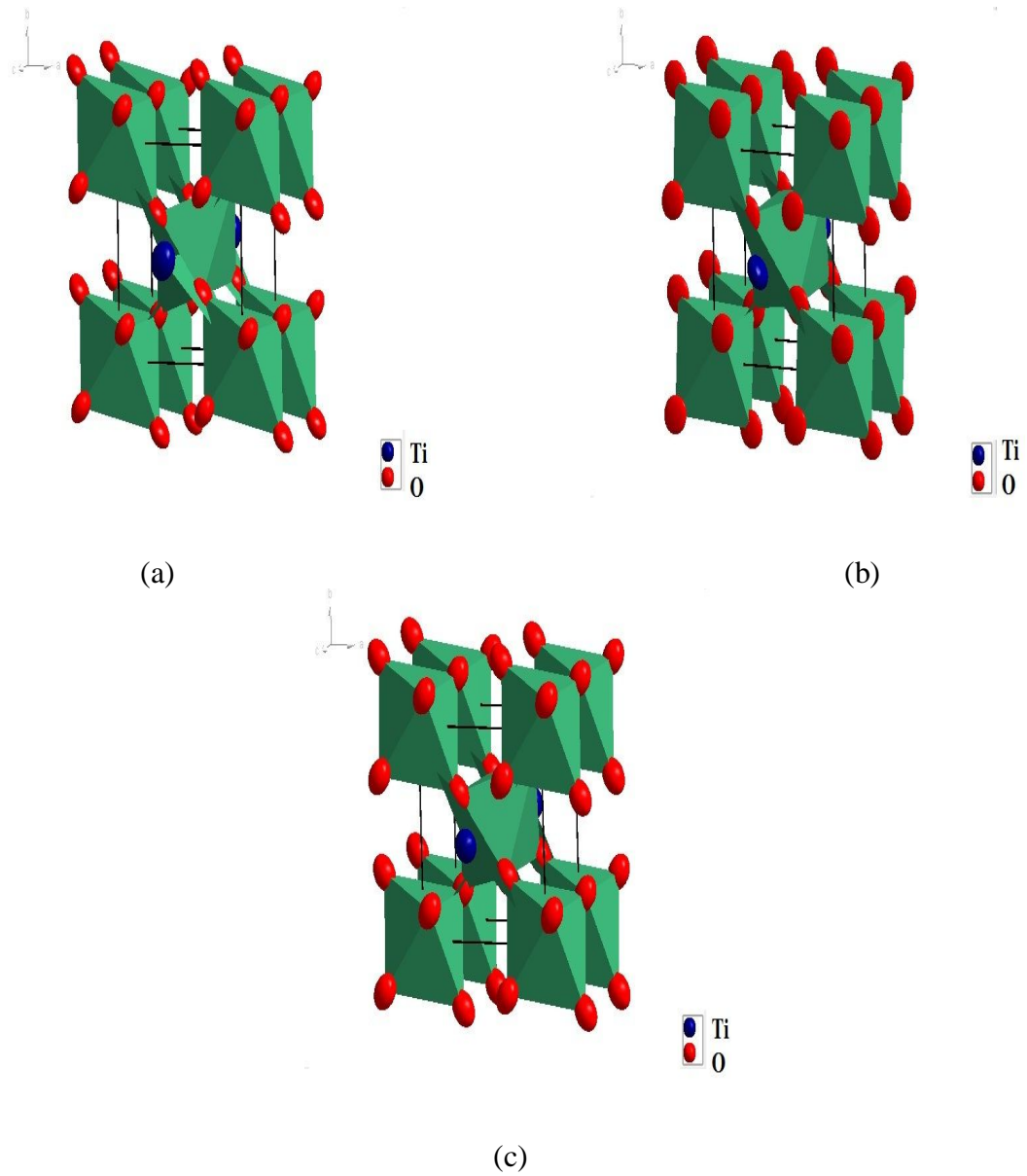


(b)



(c)

Gambar 7. Penggambaran struktur atom  $\text{TiO}_2$  dengan faktor probabilitas (thermal ellipsoids) 80% pada variasi temperatur kalsinasi : (a) 500, (b) 700 dan (c) 900 °C



Gambar 8. Penggambaran struktur polihedral  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis pada variasi temperatur kalsinasi : (a) 500, (b) 700 dan (c) 900 °C

Dengan menggunakan program OSCAIL X dapat diperoleh data-data dasar yang ditunjukkan Tabel 3, 4 dan 5.

Tabel 3. Data Hasil Analisis TiO<sub>2</sub> pada Temperatur Kalsinasi 500 °C

		Data Kristal				
Rumus Molekul		Ti2 O4				
Berat Molekul		159,758 g/mol				
Sistem Kristal		Tetragonal				
Kel. Ruang		P4 <sub>2</sub> /mmn				
Parameter Kisi		a=b=4,6043 Å c=2,9631 Å				
Rasio Kisi		a/b=1,0000 b/c=1,5539 c/a=0,6436				
Volume Kisi		62,82 Å <sup>3</sup>				
BJ Hitung		4,2229 g/cm <sup>3</sup>				
Kode Pearson		tP6				
Tipe Rumus		NO2				
Sekuen Wyck.		fa				

Parameter Atom						
Atom	Wyck.	Situs	x/a	y/b	z/c	U <sub>eq</sub> (Å <sup>2</sup> )
Ti	2a	m.mm	1,00000	1,00000	0	-
O	4g	m.2m	1,31909	0,68091	0	-

Parameter Pergeseran Anisotrop (Å <sup>2</sup> )						
Atom	U <sub>11</sub>	U <sub>22</sub>	U <sub>33</sub>	U <sub>12</sub>	U <sub>13</sub>	U <sub>23</sub>
Ti	0,07599	0,07599	0,07003	-0,00828	0,00000	0,00000
O	0,04916	0,04916	0,06076	-0,01869	0,00000	0,00000

Ikatan Ti-O			
Ti-O	2,0777	Ti-O <sup>ii</sup>	1,8928
Ti-O <sup>v</sup>	2,0777	Ti-O <sup>iii</sup>	1,8928
Ti-O <sup>i</sup>	1,8928	Ti-O <sup>iv</sup>	1,8928

Tabel 4. Data Hasil Analisis TiO<sub>2</sub> pada Temperatur Kalsinasi 700 °C

	Data Kristal					
Rumus Molekul	Ti2 O4					
Berat Molekul	159,758 g/mol					
Sistem Kristal	Tetragonal					
Kel. Ruang	P4 <sub>2</sub> /mmn					
Parameter Kisi	a=4,6064 Å c=2,9648 Å					
Rasio Kisi	a/b=1,0000 b/c=1,5537 c/a=0,6436					
Volume Kisi	62,91 Å <sup>3</sup>					
BJ Hitung	4,21664 g/cm <sup>3</sup>					
Kode Pearson	tP16					
Tipe Rumus	NO2					
Sekuen Wyck.	j2					

Parameter Atom						
Atom	Wyck.	Situs	x/a	y/b	z/c	U <sub>eq</sub> (Å <sup>2</sup> )
Ti	2a	m.mm	0,25	1/2	1/2	-
O	4g	m.2m	0,5	0,20037	0,20037	-

Parameter Pergeseran Anisotrop (Å <sup>2</sup> )						
Atom	U <sub>11</sub>	U <sub>22</sub>	U <sub>33</sub>	U <sub>12</sub>	U <sub>13</sub>	U <sub>23</sub>
Ti	0,05610	0,05610	0,08487	-0,01985	0,00000	0,00000
O	0,07655	0,07655	0,00652	0,00512	0,00000	0,00000

Ikatan Ti-O			
Ti-O	1,9519	Ti-O <sup>iii</sup>	1,9752
Ti-O <sup>ii</sup>	1,9519	Ti-O <sup>iv</sup>	1,9752
Ti-O <sup>i</sup>	1,9752	Ti-O <sup>v</sup>	1,9752

Tabel 5. Data Hasil Analisis TiO<sub>2</sub> pada Temperatur Kalsinasi 900 °C

	Data Kristal					
Rumus Molekul	Ti2 O4					
Berat Molekul	159,758 g/mol					
Sistem Kristal	Tetragonal					
Kel. Ruang	P4 <sub>2</sub> /mmn					
Parameter Kisi	a=4,6049 Å c=2,9678 Å					
Rasio Kisi	a/b=1,0000 b/c=1,5516 c/a=0,6445					
Volume Kisi	62,93 Å <sup>3</sup>					
BJ Hitung	4,21512 g/cm <sup>3</sup>					
Kode Pearson	tP16					
Tipe Rumus	NO2					
Sekuen Wyck.	j2					

Parameter Atom						
Atom	Wyck.	Situs	x/a	y/b	z/c	U <sub>eq</sub> (Å <sup>2</sup> )
Ti	2a	m.mm	0,25	1/2	1/2	-
O	4g	m.2m	0,5	0,19119	0,19119	-

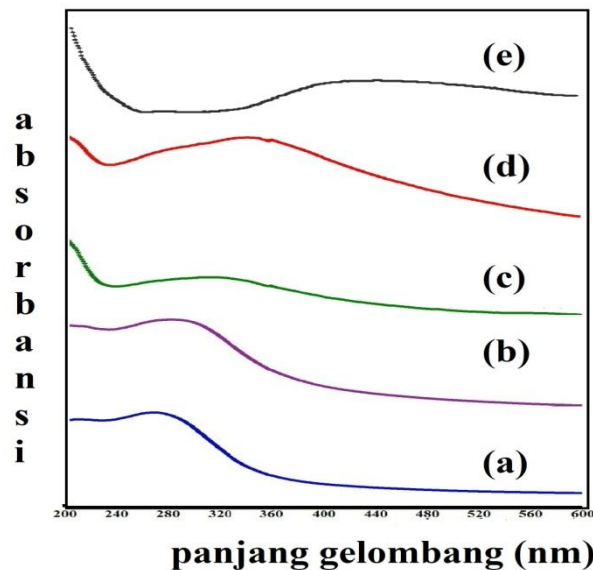
Parameter Pergeseran Anisotrop (Å <sup>2</sup> )						
Atom	U <sub>11</sub>	U <sub>22</sub>	U <sub>33</sub>	U <sub>12</sub>	U <sub>13</sub>	U <sub>23</sub>
Ti	0,05752	0,05752	0,06240	-0,00522	0,00000	0,00000
O	0,06728	0,06728	0,05889	0,01725	0,00000	0,00000

Ikatan Ti-O			
Ti-O	2,0110	Ti-O <sup>ii</sup>	1,9371
Ti-O <sup>v</sup>	2,0110	Ti-O <sup>iii</sup>	1,9371
Ti-O <sup>i</sup>	1,9371	Ti-O <sup>iv</sup>	1,9371



#### D. Analisis Spektrofotometer UV-Vis

Sampel dianalisis dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis untuk mengukur energi celah pita titanium dioksida, yang ditunjukkan pada Gambar 9.



Gambar 9. Grafik hasil analisis dengan Spektrofotometer UV-Vis dari berbagai temperatur kalsinasi : (a) 100, (b) 300, (c) 500, (d) 700 dan (e) 900 °C

Titanium dioksida murni hanya aktif di daerah ultraviolet. Adanya variasi temperatur kalsinasi dapat menyebabkan terjadinya pergeseran serapan TiO<sub>2</sub>. Energi celah pita merupakan rentang antara pita konduksi dengan pita valensi. Pita valensi merupakan pita energi teratas yang terisi penuh oleh elektron, sedangkan pita konduksi merupakan pita energi di atas pita valensi yang hanya terisi sebagian atau tidak terisi oleh elektron.

Berdasarkan Gambar 9 terlihat bahwa semua sampel mengabsorpsi pada daerah ultraviolet yang merupakan serapan dari energi celah pita maksimum

senyawa  $\text{TiO}_2$ . Energi celah pita ( $E_g$ ) maksimum dapat dihitung menggunakan persamaan berikut :

$$E_g = \frac{h \cdot c}{\lambda}$$

Dengan  $E_g$  = energi celah pita

$h$  = tetapan Planck =  $6,626 \times 10^{-34}$  J.detik

$c$  = kecepatan cahaya =  $2,998 \times 10^8$  m/detik

$1 \text{ eV} = 1,6 \times 10^{-19}$  J

Berdasarkan perhitungan yang ada pada Lampiran 3, energi celah pita ( $E_g$ ) maksimum  $\text{TiO}_2$  pada berbagai temperatur kalsinasi dapat dilihat pada Tabel 6.

Tabel 6. Harga energi celah pita ( $E_g$ ) pada  $\text{TiO}_2$  berbagai temperatur kalsinasi

No	Sampel	$\lambda$ (nm)	$E_g$ (eV)
1	$\text{TiO}_2$ kalsinasi 100 °C	372	3,34
2	$\text{TiO}_2$ kalsinasi 300 °C	408	3,04
3	$\text{TiO}_2$ kalsinasi 500 °C	468	2,65
4	$\text{TiO}_2$ kalsinasi 700 °C	522	2,38
5	$\text{TiO}_2$ kalsinasi 900 °C	588	2,11

Pada penelitian ini, sampel dianalisis menggunakan Spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu 2450) yang terdapat di Laboratorium Kimia FMIPA UNY. Masing-masing sampel mengabsorpsi pada daerah panjang gelombang tertentu dan karakter serapan elektronik  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis.

Pada Tabel 6 terlihat bahwa semakin rendah panjang gelombang, maka energi celah pita akan semakin tinggi. Hal ini disebabkan karena energi celah pita

berbanding terbalik dengan panjang gelombang. Seiring naiknya temperatur kalsinasi menyebabkan turunnya energi celah pita.

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian dan pembahasan yang telah diuraikan, dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Variasi temperatur kalsinasi mempengaruhi karakter  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis. Pada temperatur  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  senyawa  $\text{TiO}_2$  berbentuk amorf, pada temperatur  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  senyawa  $\text{TiO}_2$  berbentuk semi kristalin. Dan pada temperatur  $500$ ,  $700$  dan  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  senyawa  $\text{TiO}_2$  berbentuk kristalin.
2. Melalui analisis struktur mikro dari data XRD, diperoleh bahwa  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis memiliki bentuk kristal rutil, sistem kristal tetragonal dengan group ruang  $\text{P4}_2/\text{mm}$ . Pada  $\text{TiO}_2$  dengan temperatur kalsinasi  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ , senyawa yang dihasilkan memiliki parameter kisi  $a=b=4,6043\text{ \AA}$  dan  $c=2,9631\text{ \AA}$ . Untuk  $\text{TiO}_2$  dengan temperatur kalsinasi  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ , senyawa yang dihasilkan memiliki parameter kisi  $a=b=4,6064\text{ \AA}$  dan  $c=2,9648\text{ \AA}$ . Dan untuk  $\text{TiO}_2$  dengan temperatur kalsinasi  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ , senyawa yang dihasilkan memiliki parameter kisi  $a=b=4,6049\text{ \AA}$  dan  $c=2,9678\text{ \AA}$ .
3. Variasi temperatur kalsinasi berpengaruh terhadap harga energi celah pita. Semakin tinggi temperatur kalsinasi menyebabkan energi celah pita semakin menurun. Energi celah pita yang dihasilkan pada  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis dengan berbagai temperatur kalsinasi adalah : pada

temperatur 100 °C, TiO<sub>2</sub> memiliki  $E_g=3,34$  eV ; pada temperatur 300 °C, TiO<sub>2</sub> memiliki  $E_g=3,04$  eV ; pada temperatur 500 °C, TiO<sub>2</sub> memiliki  $E_g=2,65$  eV ; pada temperatur 700 °C, TiO<sub>2</sub> memiliki  $E_g=2,38$  eV dan pada temperatur 900 °C, TiO<sub>2</sub> memiliki  $E_g=2,11$  eV.

## **B. Saran**

Permasalahan dalam penelitian sintesis anorganik terus berlanjut, sehingga perlu dilakukan pengembangan. Untuk itu saran-saran untuk penelitian ini adalah sebagai berikut :

- a. Perlu dilakukan variasi temperatur kalsinasi guna meningkatkan kristalinitas titanium dioksida.
- b. Perlu dilakukan penelitian lanjutan untuk memvariasi metode sintesis.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] J. H. Braun, A. Baidins, R. E. Marganski. (1992). Titanium dioxide : A review. *Journal of Coatings Technology Y.* (868) : 59-72.
- [2] Z. Y. Yuan, B. L. Su. (2004). Titanium oxide nanotubes, nanofibers and nanowires. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical Engineering Aspects.* (241) : 173-183.
- [3] T. C. Cheng, C. Y. Chang, C. I. Chang, C. J. Hwang, H. C. Hsu, D. Y. Wang, K. S. Yao. (2008). Photocatalytic bactericidal effect of TiO<sub>2</sub> film on fish pathogens. *Surface & Coatings Technology.* (203) : 925-927.
- [4] T. Paul, P. Miller, J. Strathmann. (2007). Visible-Light-Medicated TiO<sub>2</sub> Photocatalysis of Fluoroquinolone Antibacterial Agents. *Environmental Science & Technology* (41) : 4720-4727.
- [5] J. Wolfrum, J. Huang, M. Blake, P. C. Mannes, Z. Huang, J. Fiest, A. Jacoby. (2002). Photocatalytic Oxidation of Bacteria, Bacterial and Fungal Spores, and Model Biofilm Components to Carbon Dioxide on Titanium Dioxide-Coated Surfaces. *Environmental Science & Technology.* (36) : 3412-3419.
- [6] A. Jacoby, P. Mannes, J. Wolfrum, M. Blake, A. Fennell. (1998). Mineralization of Bacterial Cell Mass on a Photocatalytic Surface in Air. *Environmental Science & Technology.* (32, 17) : 2650-2653
- [7] T. Salthammer, F. Fuhrmann. (2007). Photocatalytic Surface Reactions on Indoor Wall Paint. *Environmental Science & Technology.* (41) : 6573-6578.
- [8] G. Pfaff, P. Reynders. (1999). Titanium dioxide, synthesis and applications. *Chemical Reviews.* (99). 1963.
- [9] H. H. Ou, S. L. Lo. (2007). Review of titania nanotubes synthesized via the hydrothermal treatment : Fabrication, modification, and application. *Separation and Purification Technology.* (58). 179-191.
- [10] F. Sayilkan, S. Erdemoglu, M. Asilturk, M. Akarsu, S. S ener, H. Sayilkan, M. Erdemoglu, E. Arpac. (2006). Photocatalytic performance of pure anatase nanocrystallite TiO<sub>2</sub> synthesized under low temperature hydrothermal conditions. *Material Research Bulletin.* (41) : 2276-2285.

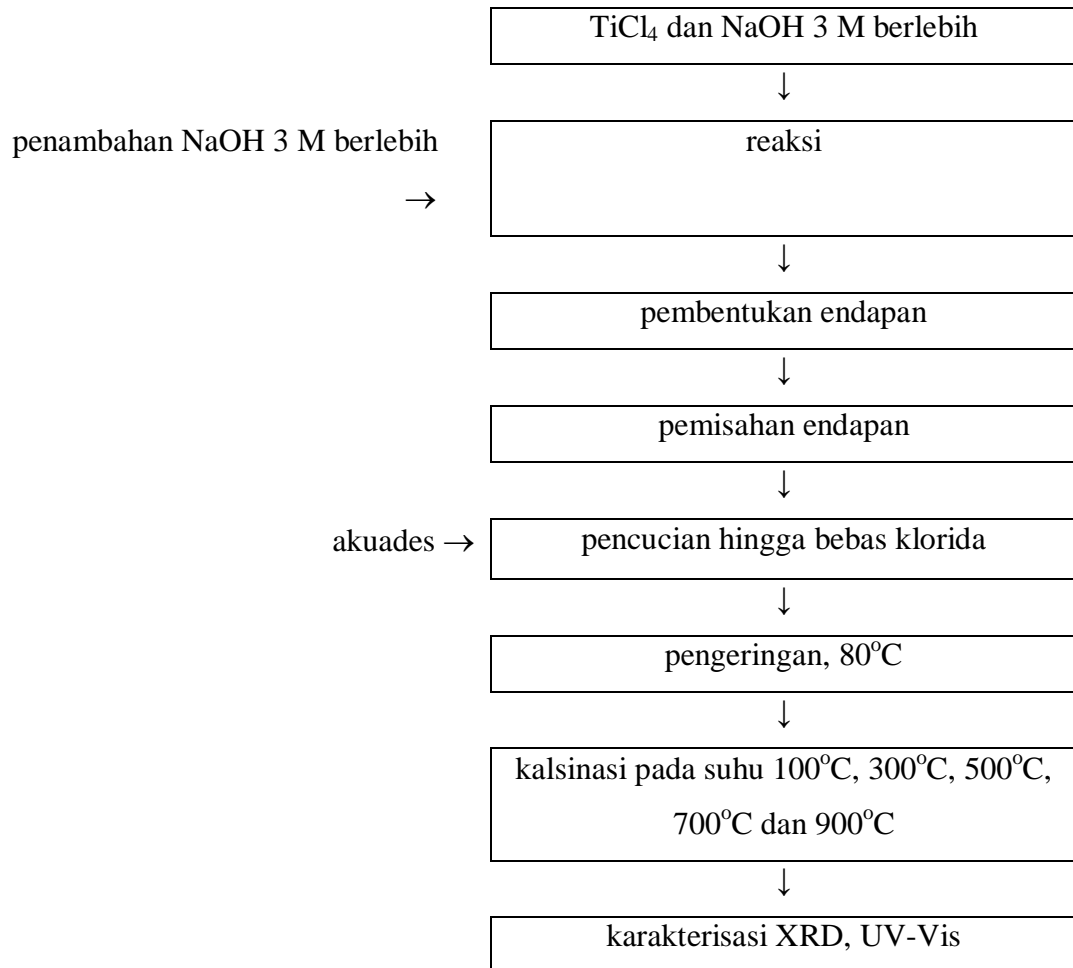
- [11] S. Ngamsinlapasathian, S. Sakulkaemaruehai, S. Pavasupree, A. Kitiyanan, T. Streethawong, Y. Suzuki, S. Yoshikawa. (2004). Highly efficient dye-sensitized solar cell using nanocrystalline titania containing nanotube structure. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*. (164): 145-151.
- [12] J. Geng, D. Yang, J. Zhu, D. Chen, Z. Jiang. (2008). Nitrogen-doped TiO<sub>2</sub> nanotubes with enhanced photocatalytic activity synthesized by a facile wet chemistry method. *Materials Research Bulletin*.
- [13] T. Toyota, I. Tsuboya. (2003). Apparent band-gap energies of mixed TiO<sub>2</sub> nanocrystals with anatase and rutile structures characterized with photoacoustic spectroscopy. *Review of Scientific Instruments*. (74, 1) : 782-784.
- [14] H. Bala, J. Zhao, Y. Jiang, X. Ding, Y. Tian, K. Yu, Z. Wang. (2005). A novel approach to synthesized of high-dispersed anatase titania nanocrystals. *Materials Letter*. (59) : 1937-1940.
- [15] H. Choi, E. Stathatos, D. D Dionysiou. (2006). Synthesis of nanocrystalline photocatalytic TiO<sub>2</sub> thin films and particles using sol-gel method modified with nonionic surfactants. *Thin Solid Films*. (510) : 107-114.
- [16] B. Gao, Y. Maa, Y. Caob, J. Zhaoa, J. Yao. (2006). Effect of ultraviolet irradiation on crystallization behavior and surface microstructure of titania in the sol-gel process. *Journal of Solid State Chemistry*. (179) : 107-114.
- [17] S. R. Dhage, Renu Pasricha, V. Ravi. (2003). Synthesis of ultrafine TiO<sub>2</sub> by citrate gel method. *Materials Research Bulletin*. (38) : 1623-1628.
- [18] D. Xu, L. Feng, A. Lei. (2009). Characterizations of lanthanum trivalent ions/TiO<sub>2</sub> nanopowders catalysis prepared by plasma spray. *Journal of colloid and interface science*. (329) : 395-403.
- [19] I. Djerdj A.M. Tonejc, M. Bijelic, V. Vranesa, A. Turkovic. (2005). Transmission electron microscopy studies of nanostructured TiO<sub>2</sub> films on various substrates. *Vacuum*. (80) : 371-378.

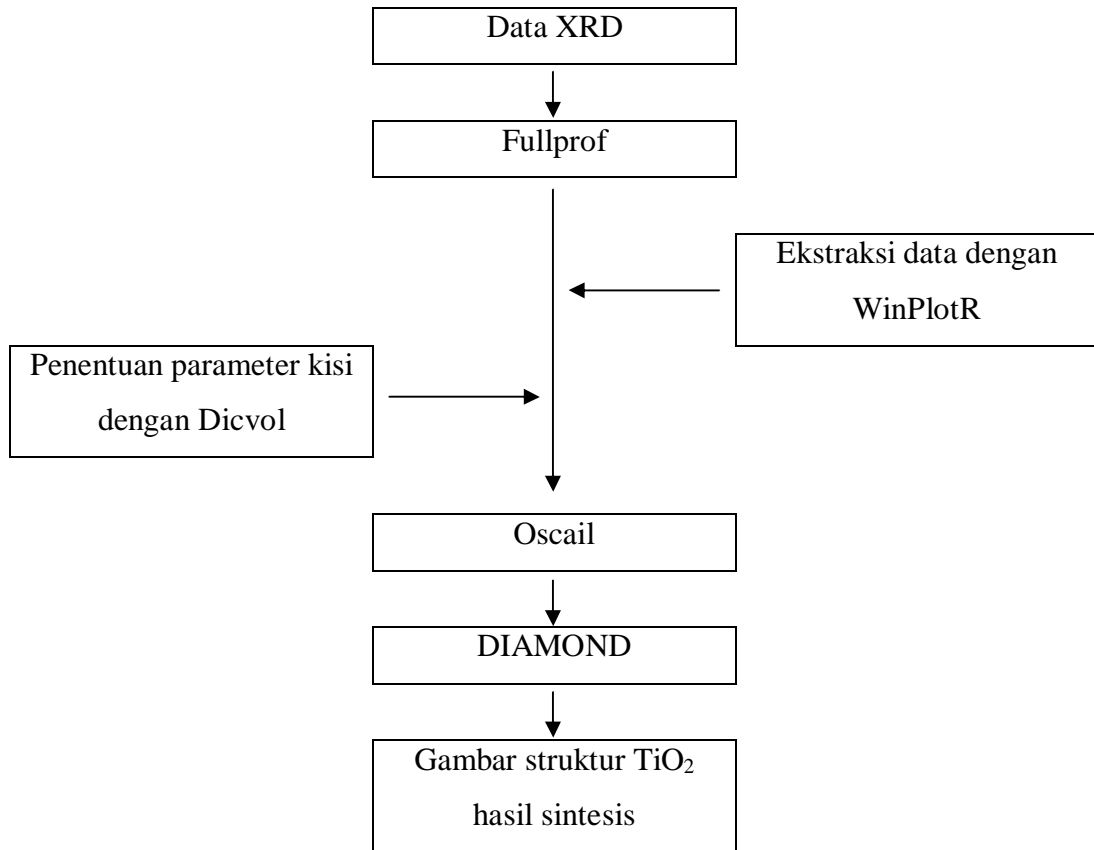
- [20] D. S. Kim, S. Y. Kwak. (2007). The hydrothermal synthesis of mesoporous  $\text{TiO}_2$  with high crystallinity, thermal stability, large surface area, and enhanced photocatalytic activity. *Applied Catalysis A : General*. (323) : 110-118.
- [21] D. Wang, B. Yu, F. Zhou, C. Wang, W. Liu. (2008). Synthesis and characterization of anatase  $\text{TiO}_2$  nanotubes and their use in dye-sensitized solar cells. *Materials Chemistry and Physics*.
- [22] C. C. Tsai, H. Teng. (2006). Structural Features of Nanotubes Synthesized from NaOH Treatment on  $\text{TiO}_2$  with Different Post-Treatments. *Chemistry of Material*. (18) : 367-373.
- [23] Z. Gao, S. Yang, C. Sun, J. Hong. (2007). Microwave assisted photocatalytic degradation of pentachlorophenol in aqueous  $\text{TiO}_2$  nanotubes suspension. *Separation and Purification Technology*. (58) : 24-31.
- [24] D. S. Seo, J. K. Lee, H. Kim. (2001). Preparation of nanotube-shaped  $\text{TiO}_2$  powder. *Journal of Crystal Growth*. (229) : 428-432.
- [25] R. P. Vitiello, J. M. Macak, A. Ghicov, H. Tsuchiya, L. F. P. Dick, P. Schmuki. (2007). N-doping of anodic  $\text{TiO}_2$  nanotubes using heat treatment in ammonia. *Electrochemistry Communications*. (8) : 179-191.
- [26] N. Wetchakum, S. Phanichphant. (2008). Effect of temperature on the degree of anatase-rutile transformation in titanium dioxide nanoparticles synthesized by the modified sol-gel method. *Current Applied Physics*. (8) : 343-346.
- [27] F. A. Cotton, G. Wilkinson, C. A. Murillo, M. Bochman. (1999). Advanced Inorganic Chemistry. (6) . *John Wiley & Sons (SEA)* : Singapore.
- [28] M. R. Hoffmann, S.M. Martin, W. Choi, D.W (1995) Bachnemann. Enviromental Aplication of Semiconductor Photocatalysis. *Chemical Review*. (95) : 69-96.
- [29] K. Yanagisawa, J. Ovenstone. (1999). Crystalization of Anatase from Amorphous Titania Using the Hydrothermal Technique : Effect of Starting Material and Temperature. *Journal Physical Chemistry B*. (103) : 7781-7787.



- [30] Hardjono Sastrohamidjojo. (1991). Spektroskopi Edisi ke-2. *Liberty* : Yogyakarta.
- [31] J. Wang, L. Zhao, Victor S-Y. Lin & Zhiqun Lin. (2009). Formation of Various TiO<sub>2</sub> Nanostructure From Electrochemically Anodized Titanium. *Journal of Materials Chemistry*. (19) : 3682-3687.
- [32] D. Wang, F. Zhou, Y. Liu & W. Liu. (2008). Synthesis and characterization of anatase TiO<sub>2</sub> nanotubes with uniform diameter from titanium powder. *Materials Letters*. (62) : 1819-1822.
- [33] Rica Funti A. (2011). Pengaruh variasi konsentrasi NaOH-temperatur kalsinasi pada sintesis titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) dengan metode pengendapan basa teknik refluks terhadap karakter dan aktivitas fotokatalitiknya. *Skripsi* : FMIPA UNY.

## LAMPIRAN 1 : DIAGRAM ALIR PROSEDUR PENELITIAN



**LAMPIRAN 2 : DIAGRAM ALIR KARAKTERISASI DATA XRD**

### LAMPIRAN 3 : PENENTUAN ENERGI CELAH PITA ( $E_g$ ) $\text{TiO}_2$ DENGAN BERBAGAI VARIASI TEMPERATUR KALSIKASI

Penghitungan energi celah pita ( $E_g$ ) dari  $\text{TiO}_2$  dengan berbagai variasi temperatur kalsinasi hasil sintesis dapat menggunakan rumus :

$$E_g = \frac{h \cdot c}{\lambda}$$

Dimana  $E_g$  = energi celah pita

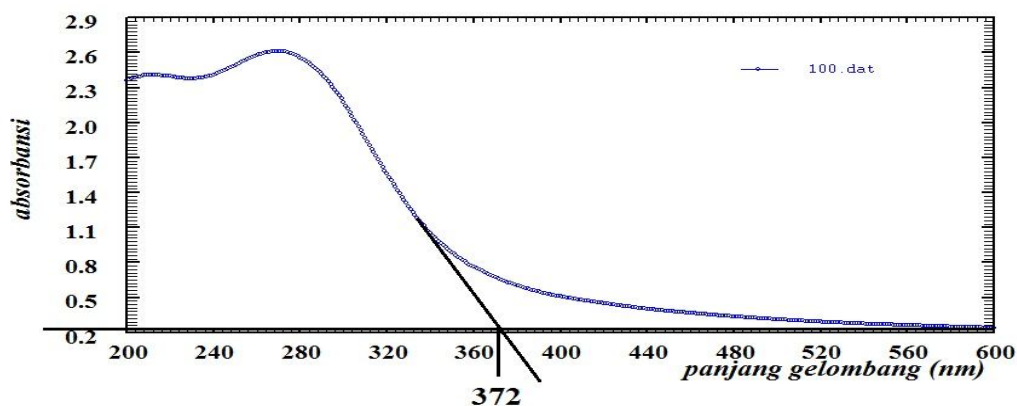
$h$  = tetapan Planck =  $6,624 \times 10^{-34}$  J. Detik

$c$  = ketetapan cahaya =  $2,998 \times 10^8$  m/detik

$\lambda$  = panjang gelombang

$1\text{eV} = 1,6 \times 10^{-19}$

1. Energi celah pita pada  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis dengan temperatur kalsinasi  $100^\circ\text{C}$

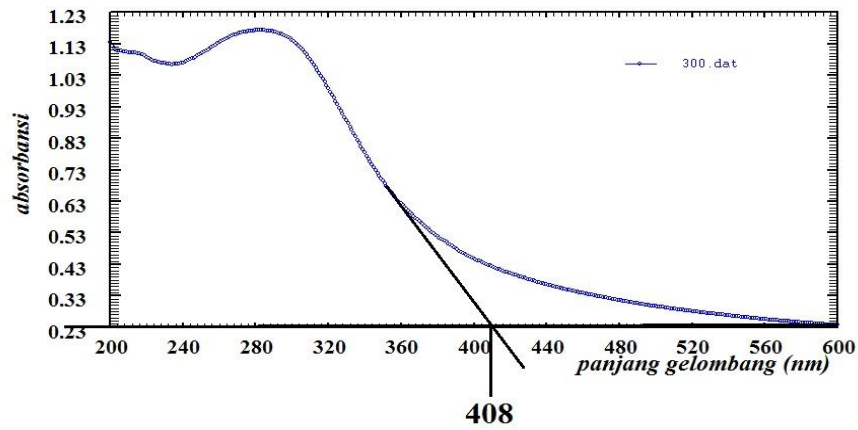


Energi celah pita  $\text{TiO}_2$  kalsinasi  $100^\circ\text{C}$  pada panjang gelombang 372 nm

$$= \frac{6,624 \times 10^{-34} \text{ J. Detik} \times 2,998 \times 10^8 \text{ m/detik}}{3,72 \times 10^{-9} \text{ m} \times 1,6 \times 10^{-19}}$$

$$= 3,34 \text{ eV}$$

2. Energi celah pita pada TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dengan temperatur kalsinasi 300 °C

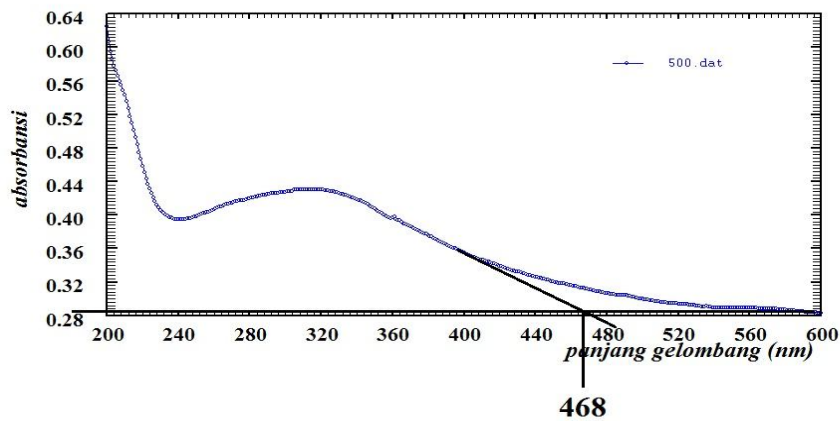


Energi celah pita TiO<sub>2</sub> kalsinasi 300 °C pada panjang gelombang 408 nm

$$= \frac{6,624 \times 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{Detik} \times 2,998 \times 10^8 \text{ m/detik}}{4,08 \times 10^{-9} \text{ m} \times 1,6 \times 10^{-19}}$$

$$= 3,04 \text{ eV}$$

3. Energi celah pita pada TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dengan temperatur kalsinasi 500 °C

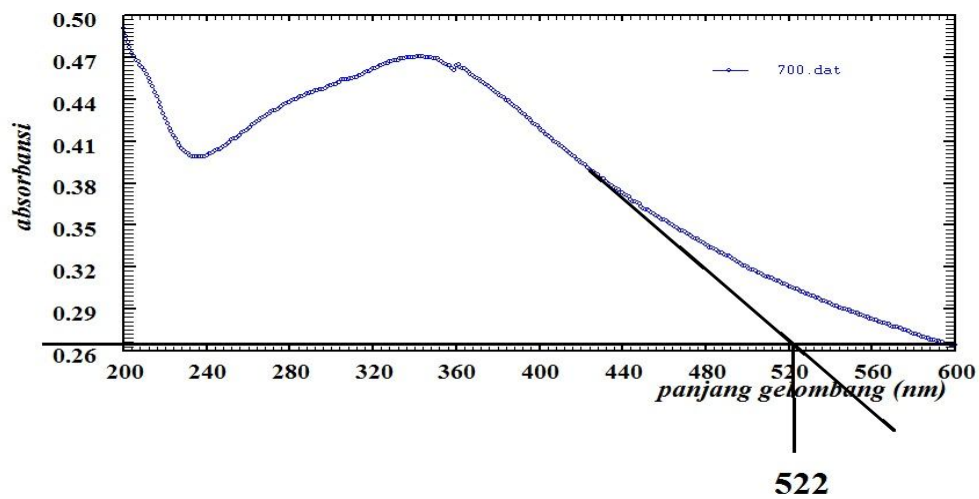


Energi celah pita  $\text{TiO}_2$  kalsinasi  $500^\circ\text{C}$  pada panjang gelombang 468 nm

$$= \frac{6,624 \times 10^{-34} \text{ J. Detik} \times 2,998 \times 10^8 \text{ m/detik}}{4,68 \times 10^{-9} \text{ m} \times 1,6 \times 10^{-19}}$$

$$= 2,65 \text{ eV}$$

4. Energi celah pita pada  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis dengan temperatur kalsinasi  $700^\circ\text{C}$

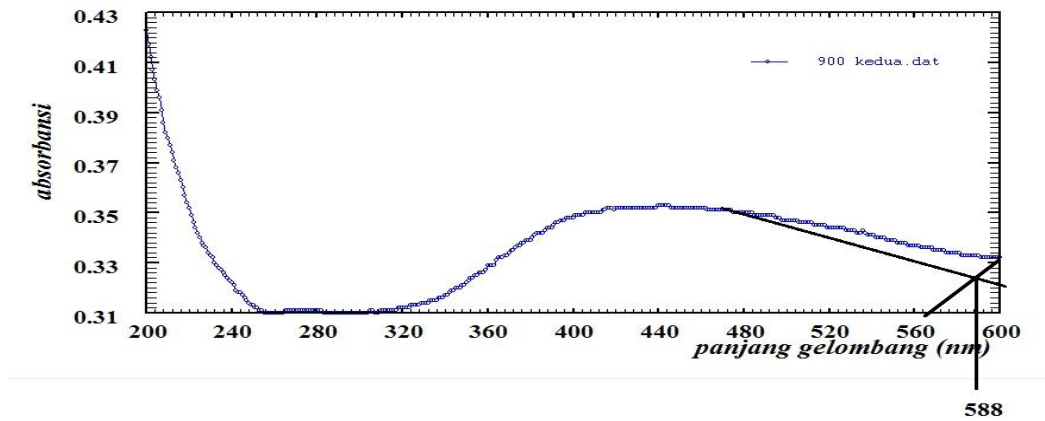


Energi celah pita  $\text{TiO}_2$  kalsinasi  $700^\circ\text{C}$  pada panjang gelombang 522 nm

$$= \frac{6,624 \times 10^{-34} \text{ J. Detik} \times 2,998 \times 10^8 \text{ m/detik}}{5,22 \times 10^{-9} \text{ m} \times 1,6 \times 10^{-19}}$$

$$= 2,38 \text{ eV}$$

5. Energi celah pita pada  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis dengan temperatur kalsinasi  $900^\circ\text{C}$



Energi celah pita  $\text{TiO}_2$  kalsinasi  $900^\circ\text{C}$  pada panjang gelombang 588 nm

$$= \frac{6,624 \times 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{Detik} \times 2,998 \times 10^8 \text{ m/detik}}{5,88 \times 10^{-9} \text{ m} \times 1,6 \times 10^{-19}}$$

$$= 2,11 \text{ eV}$$